

СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВ ТИТАНА, МЕДИ И ЖЕЛЕЗА ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ В НЕКОТОРЫХ МАТЕРИАЛАХ ПРОИЗВОДСТВА ЛЮМИНОФОРОВ

Р. Д. ГЛУХОВСКАЯ, Ю. Л. ЛЕЛЬЧУК, Е. Д. ЛУККЕР

(Представлена научным семинаром кафедры аналит. химии)

В настоящем сборнике публикуются результаты изучения сорбции и десорбции титана из солянокислых растворов на анионитах АН-2Ф и цералит FF. Эти данные позволили нам, в сочетании с ранее [1] предложенным методом определения меди и железа, разработать метод определения следов титана, меди и железа из одной навески люминофора Л-34 и материалов, используемых для его производства.

Метод основан на разложении навески анализируемого вещества 9—10 N особо чистой HCl, отделении и концентрировании хлоридного комплекса железа анионитом цералит FF, хлоридных комплексов титана и меди анионитом АН-2Ф в хлор-форме, элюировании их 0,1N HCl и фотометрическом определении железа с 2,2'-дипиридилем, меди с диэтилдитиокарбаминатом натрия, титана с диантипиридилметаном.

Величина навески зависит от ожидаемого содержания микропримесей этих элементов. В наших опытах она колебалась в пределах от 1 до 5 г. Продолжительность анализа 1,5—2 часа. Чувствительность 10^{-5} — $10^{-6}\%$. Относительная ошибка ± 10 —15%.

Очистка соляной кислоты, подготовка анионитовых колонок, приготовление растворов железа, меди и титана, фотометрические окончания определений следов этих элементов описаны нами ранее [1—4].

Ход анализа. Навеску анализируемого вещества растворяют в 9 N особо чистой HCl. Отделение и концентрирование железа осуществляют на маленькой хроматографической колонке из цералита FF с высотой слоя 2 см [4], меди и титана на колонке из анионита АН-2Ф с высотой слоя 22 см [2, 3]. Обе колонки укрепляют на одном штативе так, что раствор, вытекающий из цералитовой колонки, попадает в колонку с АН-2Ф. Скорость вытекания 2—3 мл/мин.

Через колонки последовательно пропускают 10—15 мл особо чистой 9—10 N HCl, затем пропускают солянокислый раствор анализируемого вещества и промывают колонки 20—30 мл соляной кислоты той же концентрации. После этого колонку с цералитом укрепляют на другом штативе и элюируют сорбированное железо 10 мл 0,1 N HCl. Элюат собирают в мерной колбочке емкостью 25 мл и в нем фотометрически определяют железо в виде комплекса с 2,2'-дипиридилем по ранее [3] описанной методике.

Колонку с АН-2Ф промывают еще 10—12 мл 9—10 N HCl и затем вымывают сорбированные хлоридные комплексы титана и меди 0,1 N HCl. Первые порции этой кислоты расходуются на продвижение тита-

на и меди по хроматографической колонке вниз и в вытекающем растворе эти элементы не содержатся. Эти порции выбрасываются. По мере продвижения элюата по колонке цвет анионита меняется из темно-коричневого в желтый. Когда внизу колонки остается темный слой анионита высотой в 4—5 см, кран закрывают, обмывают особо чистой водой и затем собирают элюат в колбочку емкостью 25 мл до метки. Содержимое колбочки тщательно перемешивают и отбирают аликвотные части для определения в одной — меди, в другой — титана.

Медь определяют по описанной ранее [1] методике в виде желтого комплекса с диэтилдитиокарбаминатом натрия. Для определения титана аликвот элюата переносят в мерную колбочку емкостью 25 мл, добавляют 1 мл 7%-ного раствора аскорбиновой кислоты, 2 капли 5%-ного раствора сернокислой меди, 5 мл 5%-ного раствора диантипирилметана, доводят до метки 5 N HCl, перемешивают и через 30—40 мин. измеряют оптическую плотность на фотоколориметре-нефелометре ФЭКН-57 в кюветах с толщиной слоя 5 см при синем светофильтре с максимумом пропускания в 413 мкм. Раствором сравнения служит вода. Одновременно ставят холостую пробу и оптическую плотность ее вычитают.

Процентное содержание титана в анализируемом веществе вычисляют по формуле:

$$Ti = \frac{B \cdot V}{10000 n V_a} \%,$$

B — вес титана в аликвоте, мкг,

V — объем мерной колбочки, мл,

n — навеска анализируемого вещества, г,

V_a — объем аликвота, мл.

Точность и воспроизводимость метода проверены на искусственно составленных смесях и параллельными определениями следов титана, меди и железа в люминофоре Л-34, в заводских шрепаратах карбоната кальция и гидрофосфата кальция. Часть полученных данных приведена в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Проверка точности метода на искусственно составленных смесях

Число определений	Взято, мкг			Найдено, мкг			Относительная ошибка, %		
	Ti	Cu	Fe	Ti	Cu	Fe	Ti	Cu	Fe
3	5,17	5,43	5,54	5,26	6,10	5,56	+1,7	+12,3	+ 0,36
2	5,17	10,86	5,54	5,25	9,86	4,86	+1,5	— 9,2	—12,2
2	10,34	5,43	5,54	11,28	5,75	5,12	+9,1	+ 5,9	— 7,6

Таблица 2

Результаты параллельных определений титана, меди и железа в люминофоре Л-34, карбонате кальция и гидрофосфате кальция

Анализируемое вещество	Число определений	Найдено, %			Макс. отклонения от среднего значения, %		
		Ti	Cu	Fe	Ti	Cu	Fe
CaCO ₃	3	1,07 · 10 ⁻⁴	4,8 · 10 ⁻⁵	2 · 10 ⁻⁴	± 9,3	±12,2	±3,4
CaHPO ₄	3	1,22 · 10 ⁻⁴	4,75 · 10 ⁻⁵	3,7 · 10 ⁻⁴	±10,6	± 5,2	±5,9
Люминофор Л-34	2	1,09 · 10 ⁻⁴	2,8 · 10 ⁻⁴	2,2 · 10 ⁻³	± 6,4	± 6,9	±9,1

Выводы

Разработан сорбционно-фотометрический метод определения следов титана, меди и железа из одной навески в люминофоре Л-34, в карбонате кальция, гидрофосфате кальция и соляной кислоте, используемых для производства этого люминофора.

Отделение и концентрирование микропримесей этих элементов осуществляется в виде хлоридных комплексных анионов анионитами: железо—цералитом FF, медь и титан—АН-2Ф. Железо фотометрируется в виде комплекса с 2,2'-дипиридилем, медь с диэтилдитиокарбаминатом натрия, титан с диантипирилметаном.

Продолжительность анализа 1,5—2 часа, чувствительность 10^{-5} — $10^{-6}\%$, относительная ошибка ± 10 — 15% .

ЛИТЕРАТУРА

1. Ю. Л. Лельчук, Р. Д. Глуховская, Е. Д. Луккер, Г. Н. Дембовская. Изв. ТПИ, т. 174, 68 (1968).
 2. Р. Д. Глуховская, Ю. Л. Лельчук. Труды научно-технической конференции Томского отд. ВХО им. Д. И. Менделеева, 54, 1968.
 3. Р. Д. Глуховская, Ю. Л. Лельчук. Тезисы докладов Всесоюзного совещания по аналитической химии полупроводниковых веществ. 19, 46, Кишинев, 1965.
 4. Р. Д. Глуховская, Ю. Л. Лельчук, Е. Д. Луккер. Настоящий сборник, с. 23, 26.
-