

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАЛЫХ КОЛИЧЕСТВ ТИТАНА В ЖЕЛЕЗЕ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Л. Л. СКРИПОВА, Г. А. ЧЕРВЕВИЧУК

(Представлена научно-методическим семинаром ХТФ)

Изучена возможность фотометрического определения малых количеств титана в железе высокой чистоты с помощью диантипирилметана. Данная работа является продолжением ранее начатых исследований [1].

Фотометрическому определению титана с диантипирилметаном мешают большие количества железа (3+) собственной окраской и образованием с реагентом комплексного соединения, окрашенного в красно-бурый цвет.

Большие количества железа (3+) можно удалить экстрагированием диэтиловым эфиром из солянокислой среды, метилизобутилкетона, смесью метилизобутилкетона с амилацетатом (1:1) или восстановить до двухвалентного, которое не реагирует с диантипирилметаном в кислой среде. Восстановление железа может быть проведено амальгамой цинка, сульфитом натрия, гипосульфитом натрия, аскорбиновой кислотой и др. [2, 3].

Экстрагирование железа из солянокислого раствора навески эфиром можно проводить не полностью, так как небольшие количества его легко могут быть восстановлены аскорбиновой кислотой и определению не мешают.

Операция экстрагирования сопряжена с большой затратой времени и неизбежными потерями. Поэтому с целью сокращения времени анализа и уменьшения потерь была изучена также возможность фотометрического определения малых количеств титана в железе высокой чистоты с диантипирилметаном без отделения железа.

Разработаны три варианта методики — с предварительным отделением железа и без отделения железа.

Первый вариант — с предварительным отделением железа. Навеску железа 0,5 г растворяют при слабом нагревании в 15 мл концентрированной соляной кислоты. Добавляют 1 мл концентрированной азотной кислоты и продолжают нагревание, выпаривая почти досуха. Остаток обрабатывают 5-ю и 10-ю мл концентрированной соляной кислоты, упаривая почти досуха первый раз и до сиропа — второй. Остаток растворяют в 10 мл бн. соляной кислоты и переносят в делительную воронку. Добавляют 20 мл диэтилового эфира (свободного от перекиси) и встряхивают 5 минут. Эфирный слой отделяют и промывают 5 мл бн. соляной кислоты. Водные порции соединяют вместе и упаривают примерно до объема 10 мл и переносят в мерную колбу емкостью 25 мл. Добавляют 2 капли 5%-го раствора сернокислой меди (катализатор восстановления железа), 1 мл аскорбиновой кислоты с $T=0,2$ г/мл, 3 мл 5%-го диантипирилметана в 1 н. соляной кислоте, доводят объем до метки 25%-ным раствором серной кислоты. Через 30—40 минут фотометрируют на ФЭК-Н-57

в кювете 50 мм со светофильтром № 2 (413 мкм). Раствор сравнения — вода. Количество титана находят по калибровочному графику, построенному в тех же условиях, в которых разлагалась навеска. Методика проверена по добавкам титана к навескам железа высокой чистоты и окиси железа. На одно определение требуется 5 часов. Результаты анализов обработаны методом математической статистики и приведены в табл. 1 (первая и вторая строки).

Второй вариант — без отделения железа. Навеску железа 0,5 г растворяют в 10 мл 25%-го раствора серной кислоты при слабом нагревании. Раствор переносят в мерную колбу емкостью 25 мл. Дальнейшие операции проводят аналогично описанной выше методике. Аскорбиновой кислоты прибавляют 5 мл той же концентрации. «Нулевая» проба содержит все реактивы кроме диантипирилметана. Количество титана находят по калибровочному графику, построенному в тех же условиях, в которых разлагается навеска, т. е. обязательно на фоне железа. На одно определение требуется 3 часа. Методика проверена по добавкам титана к навескам железа высокой чистоты. Результаты анализов обработаны методом математической статистики и приведены в табл. 1 (третья строка).

Третий вариант — без отделения железа, с использованием метода добавок.

При полярографическом и люминесцентном химическом анализе для определения малых количеств примесей в материалах высокой чистоты широко используется метод добавок.

Л. И. Лазарев и В. И. Лазарева [4] успешно использовали этот метод для фотометрического определения титана в сталях с помощью перекиси водорода.

Нами изучена возможность фотометрического определения титана в железе высокой чистоты с помощью диантипирилметана, без отделения железа, с использованием метода добавок. Навеску железа 2,5 г растворяют в 30—40 мл 25%-го раствора серной кислоты при слабом нагревании. Раствор переносят в мерную колбу емкостью 50 мл и доводят объем до метки 25%-ным раствором серной кислоты. В четыре мерные колбочки емкостью 25 мл отбирают аликвотные порции этого раствора по 10 мл. Во вторую и третью колбочки делают добавки титана в количествах, соответствующих 1 и 2 мкг последнего. Во все четыре колбочки добавляют по 1 мл 6н. соляной кислоты, по две капли 5%-ного раствора сернокислой меди и по 5 мл аскорбиновой кислоты с $T=0,2$ г/мл. Затем в первую, вторую и третью колбочки добавляют по 5 мл 5%-го раствора диантипирилметана в 1н. соляной кислоте. Объем во всех колбах доводят до метки 25%-ным раствором серной кислоты. Через 30—40 минут фотометрируют так же, как в предыдущих методиках. Раствор сравнения — вода. Количество титана находят по формуле:

$$\% Ti = \frac{C_{\Delta}(D_1 - D_0)}{\text{Навеска}(D_{2(3)} - D_1) \cdot 2000}, \text{ где}$$

C_{Δ} — добавка титана в мкг;

D_0 — оптическая плотность раствора в четвертой колбе, т. е. «нулевая» — без титана и диантипирилметана;

D_1 — оптическая плотность раствора первой колбы — исследуемый раствор;

$D_{2(3)}$ — оптическая плотность раствора второй (третьей) колбы с добавкой титана.

Количество титана рассчитывают для первой и второй добавок и берут среднюю величину. Время, затрачиваемое на одно определение, — 1,5 часа. Результаты анализов обработаны методом математической статистики и приведены в табл. 1 (четвертая строка).

Результаты определения титана

Измеряемая величина	<i>n</i>	\bar{X}	$S_{\bar{x}}$	$\tau_{0,95}$	ϵ	$\epsilon\%$
% титана в железе марки Kahlbaum	6	$1,59 \cdot 10^{-3}$	$0,09137 \cdot 10^{-3}$	2,571	$0,23 \cdot 10^{-3}$	14,4
% титана в Fe_2O_3	7	$2,53 \cdot 10^{-5}$	$0,1428 \cdot 10^{-5}$	2,247	$0,32 \cdot 10^{-5}$	12,6
% титана в железе ВЧ	7	$1,57 \cdot 10^{-4}$	$0,07626 \cdot 10^{-4}$	2,571	$0,17 \cdot 10^{-4}$	10,8
% титана в железе ВЧ	13	$1,59 \cdot 10^{-4}$	$0,05403 \cdot 10^{-4}$	2,179	$0,11 \cdot 10^{-4}$	6,9

Выводы

1. Разработано три варианта методики определения малых количеств титана в железе высокой чистоты с помощью диантипирилметана — с предварительным отделением железа и без отделения последнего.

2. Проведена сравнительная оценка предложенных вариантов и для производственных лабораторий рекомендуется третий вариант — без отделения железа, с использованием метода добавок — как наиболее точный и быстрый.

ЛИТЕРАТУРА

1. Л. Л. Скринова, Г. А. Червенчук, А. Н. Покровская. Фотометрическое определение малых количеств титана в хлорной кислоте, хлорнокислых аммонии и натрия, и люминофоре Л-34 с помощью диантипирилметана. Известия ТПИ, т. 174 (в печати).

2. Дж. Моррисон, Г. Фрейзер. Экстракция в аналитической химии. Гос. н. техиздат химлитературы, Л., 1960.

3. Е. Б. Сендел. Колориметрическое определение следов металлов. «Мир», М., 1964.

4. Л. И. Лазарев и В. И. Лазарева. Колориметрическое определение титана в легированных сталях методом добавок. Завод. лаборатория № 2, 1958.

