

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВАНАДИЯ С ДИФЕНИЛКАРБАЗОНОМ В ЖЕЛЕЗЕ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

В. Б. СОКОЛОВИЧ, Г. Е. ГОМБОЕВА

(Представлена научно-методическим семинаром
химико-технологического факультета)

Среди большого числа фотометрических реактивов на ванадии одним из наиболее чувствительных и сравнительно доступных является дифенилкарбазон [1, 2, 5].

По литературным данным, определению ванадия с дифенилкарбазоном мешают железо, хром и, как показали наши исследования, Мо, а также Mn, Ti, Al в количествах, в 10 раз превышающих содержание ванадия.

Мы выяснили способ удовлетворительного отделения от железа и сопутствующих элементов, заключающийся в экстракции молибдена и основного количества железа диэтиловым эфиром из 6 н. по соляной кислоте раствора и последующем осаждении остатков железа, марганца, титана и части хрома щелочью.

С использованием дифенилкарбазона была разработана методика фотометрического определения ванадия в железе высокой чистоты с чувствительностью $5 \cdot 10^{-5}\%$, относительной ошибкой, не превышающей 30%, затратой времени на определение 3—4 часа.

В работе использовались дважды перегнанная вода, реактивы «х. ч.» и «ч. д. а.» и 0,1%-ный ацетоновый раствор дифенилкарбазона. Исходный стандартный раствор ванадия с содержанием 1000 мкг в мл готовился растворением ванадата аммония в едком натре. Титр его устанавливался весовым методом с Купфероном [3].

Рабочий стандартный раствор содержанием 1 мкг ванадия в мл готовился непосредственно перед употреблением соответствующим разбавлением исходного стандартного раствора.

Ход анализа

Навеска железа в пределах 0,5 г вносится в стеклянный (желательно кварцевый) стаканчик, заливается 10 мл особо чистой соляной кислоты 7,8 н., стаканчик закрывается часовым стеклом и нагревается 10—15 мин. После полного разложения навески прибавляется 15 капель азотной кислоты (1:1) для окисления железа до трехвалентного и нагревается почти до кипения около 10 мин для удаления окислов азота. Раствор охлаждается, переносится в делительную воронку, стаканчик ополаскивается 5 мл той же кислоты. Раствор получается примерно 6 н. по соляной кислоте.

Из солянокислого раствора железа, молибден и др. экстрагируются диэтиловым эфиром в виде хлоридных комплексов. Экстракция повторяется трижды порциями эфира по 20 мл при трехминутном встряхивании. После третьей экстракции водный слой спускают в стаканчик, слегка подогревают около 15 мин в боксе из оргстекла под подогревательной лампой или на плитке с закрытой спиралью для удаления следов эфира. После удаления эфира в горячий раствор вносится по каплям 0,05 н. раствор перманганата калия до устойчивой коричневатой окраски и оставляется на три минуты для окисления ванадия до пятивалентного. Избыток перманганата восстанавливается свежеприготовленным 3%-ным раствором нитрита натрия, который прибавляется осторожно по каплям до обесцвечивания перманганата. Раствор нагревается, железо, оставшееся после экстракции, частично хром, а также марганец и другие элементы осаждаются 8 мл 30%-ного раствора едкого натра. Осадок отфильтровывается через маленький беззольный фильтр с синей лентой и промывается горячим бидистиллятом.

Фильтрат собирается в мерную колбу емкостью 50 мл и после охлаждения доводится бидистиллятом до метки. Затем из подготовленного раствора берутся два аликвота по 10 мл. Один помещается в мерную колбу емкостью 50 мл, другой — в стакан емкостью 50—100 мл. В стакан вносится одна капля индикатора метил-красного, и раствор титруется уксусной кислотой (1:7) до изменения цвета индикатора в красный, что соответствует $pH=5$.

В мерную колбу со вторым аликвотом вносится израсходованное на титрование первого аликвота количество уксусной кислоты и 10 мл 0,1%-ного ацетонового раствора дифенилкарбазона. Содержимое колбы разбавляется до метки бидистиллятом и тщательно перемешивается. После 10—15 мин оптическая плотность комплекса ванадия с дифенилкарбазоном измеряется на ФЭКН-57 в кюветах с толщиной слоя 50 мм при зеленом светофильтре 5 с максимумом пропускания в 536 мкм. Раствор сравнения — бидистиллят.

Параллельно через все стадии анализа проводится порция стандартного раствора ванадия и холостая проба.

Содержание ванадия вычисляется по формуле

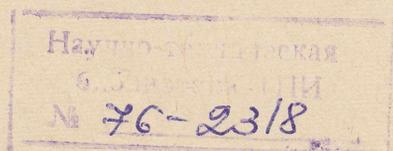
$$\% V = \frac{C_v(D_x - D_0) \cdot 10 \cdot 10^2}{(D_{ст.} - D_0) \cdot 10^6},$$

- где C_v — содержание ванадия в порции стандартного раствора в мг;
 $D_{ст.}$ — оптическая плотность комплекса ванадия с дифенилкарбазоном в стандартном растворе;
 D_x — оптическая плотность комплекса ванадия с дифенилкарбазоном в анализируемом растворе;
 D_0 — оптическая плотность раствора холостой пробы;
 10 — коэффициент пересчета на граммовую навеску.

Таблица 1

Результаты фотометрического определения ванадия с дифенилкарбазоном в образцах чистого железа

Изменяемая величина	n	$\bar{x} \cdot 10^{-3}$	$S_x \cdot 10^{-3}$	$S_{\bar{x}} \cdot 10^{-3}$	α	τ	$e \cdot 10^{-3}$	Результат эксперимента	Относит. ошибка
$V, \%$	16	1,15	0,65	$\pm 0,162$	0,95	2,131	$\pm 0,345$	$1,49 - 0,81 \cdot 10^{-3}$	$\pm 29,55$
$V, \%$	16	1,16	0,65	$\pm 1,162$	0,95	2,131	$\pm 0,345$	$1,50 - 0,82 \cdot 10^{-3}$	$\pm 29,31$



Полученные экспериментальные данные при определении ванадия в образцах чистого железа и результаты обработки их методом математической статистики представлены в табл. 1.

Выводы

Разработана методика фотометрического определения ванадия в железе особой чистоты с дифенилкарбазоном.

Чувствительность — $5,10^{-5}\%$.

Относительная ошибка определения в пределах 30%.

Продолжительность анализа около 4-х час.

ЛИТЕРАТУРА

1. И. М. Гольцберг, Г. Л. Коваль, Г. А. Клемешев. Сб. Труды Укр. науч.-исслед. института металлов. В. 11, стр. 387, Киев, 1965.
 2. Новые методы анализа на металлургических и металлообрабатывающих заводах. Изд. «Металлургия», М., стр. 46, 1964.
 3. З. С. Мухина, Е. И. Никитина и др. Методы анализа металлов и сплавов. Оборонгиз, М., стр. 118, 1959.
 4. Дж. Моррисон, Г. Фрейзер. Экстракция в аналитической химии. ГХИ, Л., стр. 131, 1960.
 5. П. П. Коростелев. Приготовление реактивов для химико-аналитических работ. Изд. «Наука», М., стр. 90, 1964.
-