

СОРБЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВ ТИТАНА В СПИРТО-ВОДНОЙ СРЕДЕ

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

(Представлена научным семинаром ХТФ)

В литературе известно большое число работ, посвященных отделению и концентрированию титана с использованием ионообменных смол. К таковым относятся, например, методы отделения титана от железа, алюминия, хрома, молибдена, ванадия, вольфрама и др. на катионитах [1—8] или анионитах [9—11]. Нами [10, 11] был также предложен метод концентрирования титана и отделения его от меди и железа.

Все перечисленные методы применяют в качестве растворителя воду, поэтому могут быть использованы для отделения и концентрирования титана из водных растворов и не пригодны для определения титана в присутствии органических растворителей.

В связи с тем, что одним из объектов нашего исследования является спирт, необходимо было изучить влияние этого растворителя на сорбцию титана.

Ионный обмен в практике применяется не только в водных растворах, но и в водно-органических и органических средах. Известен целый ряд работ [12—19], доказывающих повышение эффективности ионного обмена добавкой органического растворителя, в частности спирта. Еще в 1941 г. Вигнер [19] показал, что скорость обмена щелочных металлов на пермутите в водно-спиртовых растворах увеличивается с повышением концентрации спирта. Матерова и др. [12] подтвердили это положение при обмене натрия на барий на вофатите С и получили линейную зависимость константы равновесия от концентрации этилового спирта. К таким же выводам пришли и другие исследователи [14, 15, 17].

Панченков и др. [13] нашли кроме этого что при равных условиях этиловый спирт влияет на константу равновесия сильнее, чем метиловый.

Применяя водно-спиртовую среду, авторы всех этих работ сосредоточили внимание, главным образом, на обмене ионов щелочных и щелочно-земельных металлов.

Целью настоящей работы является изучение сорбции титана в водно-спиртовых растворах и разработка сорбционно-фотометрического метода определения следов титана в некоторых модельных средах.

В качестве смолы был взят катионит КУ-2—8 ч. Для работы использована маленькая колонка [10, 11], заполненная слоем катионита высотой 3—4 см, диаметром 1 см. Смола промывалась 10% раствором соляной кислоты и затем водой.

Равновесие изучалось как в статистических, так и динамических условиях в водной и водно-спиртовой среде при различной рН — раствора.

В колбочки с притертыми пробками помещали по 0,5 сухой смолы, заряженной в *H*-форму, раствор титана с концентрацией $8,3 \cdot 10^{-4}$ М, соляную кислоту для создания соответствующей кислотности раствора, необходимое количество этилового спирта, и объем доводился водой до 50 мл. Колбочки время от времени встряхивались, и после достижения равновесия (через 6 суток) в аликвотных частях раствора определялся титан [10, 11] и рассчитывался коэффициент распределения [5]. Результаты даны в табл. 1.

Как это видно из таблицы, добавление спирта во всех случаях увеличивает эффективность обмена, однако, при очень больших содержаниях

Таблица 1

Коэффициент распределения титана

Нормальность НС	Коэффициент распределения (φ)			
	Н ₂ O	вода — спирт		
		3:1	1:1	1:3
0,1	1900	1900	3230	Раствор помутнел
0,5	54	208	900	»
1,0	8	—	48	»
2,0	Поглощения	нет		

ях спирта (75%) раствор мутнел, и определять титан становилось невозможным. Наибольшая степень поглощения титана смолой наблюдается при кислотности раствора равной 0,1 н. и 50% содержания спирта.

Изучая сорбцию в динамических условиях, нами было подтверждено, что титан сорбируется в пределах допустимых ошибок из водных и водно-спиртовых растворов (при соотношении воды и спирта 1:1) и с кислотностью раствора равной 0,1н. Сорбированный титан полностью вымывается 12—15 мл 2н. НСl.

Проверка сорбции и десорбции титана была осуществлена на растворах чистых солей титана с добавлением 50% спирта и соляной кислоты до pH равной 1. К 10 мл водно-спиртового раствора, содержащего определенное количество титана, добавляли 1н. НСl до pH=1. Раствор пропускали через колонку с КУ-2, заранее промытую 0,1н. НСl со скоростью 2—3 мл в минуту. Сорбированный титан промывали 18 мл 2н. НСl в мерную колбочку на 25 мл. Туда добавляли 1 мл 7% раствора аскорбиновой кислоты, 2 капли 5% раствора сульфата меди, 5 мл 5% раствора диантипирилметана в 1н. НСl и объем раствора доводили 5н. НСl до метки. Перемешивали и через 30—40 минут измеряли оптическую плотность раствора на ФЭКН-57 при синем светофильтре с максимумом пропускания 413 мкм (табл. 2).

Таблица 2

Определение титана в растворах солей

Количество определений	Добавлено титана мкг	Найдено титана мкг	Относительная ошибка %
4	4,4	4,26	—3,2
4	9,25	9,11	—1,7
4	22,36	21,65	—3,2

Разработанная методика была применена для определения следов титана в модельных средах:

1. 0,5% растворе соляной кислоты;
2. 0,8% водном растворе поваренной соли;

3. 70% растворе этилового спирта;
 4. растворах с рН=5 и рН=8, содержащих в 100 мл дистиллированной воды 0,2 г хлористого калия, 0,1 г сернокислого магния, 2,0 г мочевины и 0,05 г мочевиной кислоты.

Опыты проводились как в водной, так и водно-спиртовой среде. Результаты анализа сведены в табл. 3.

Таблица 3

Вещество	Марка	Объем раствора, мл	Количество определен.	Растворит.	Добавлено титана, мкг	Найдено титана, мкг	Ошибка	
							мкг	% отп.
NaCl 0,8% р-р продаж.								
	в/с	10	2	H ₂ O	—	—	—	—
»	»	50	4	»	—	—	—	—
»	»	100	4	»	—	—	—	—
»	»	10	4	H ₂ O—сп 1:1	—	—	—	—
»	»	10	6	»	4,84	4,83	0,01	0,2
»	»	50	4	»	—	—	—	—
»	»	»	4	»	4,84	4,83	0,01	0,2
»	х. ч.	»	4	»	4,60	4,53	0,07	1,5
»	продаж. в/с	100	4	»	—	—	—	—
C ₂ H ₅ OH 70%	ректи- фикат	37	4	»	—	—	—	—
»	ректи- фикат	50	2	»	—	—	—	—
»	»	»	2	»	4,6	4,6	0	0
»	»	125	3	»	2,82	2,75	0,07	2,5
Раствор с рН=5	—	10	4	H ₂ O	—	—	—	—
»	—	10	3	»	4,84	4,97	0,13	2,7
»	—	10	4	H ₂ O+ спирт	4,84	4,92	0,08	1,9
»	—	10	4	»	2,89	2,86	0,03	1,1
»	—	50	2	»	2,89	2,71	0,18	6,3
Раствор с рН=8	—	10	6	»	5,27	5,14	0,13	2,4
»	—	10	4	»	3,32	3,20	0,12	3,6

Выводы

Разработана методика сорбционно-фотометрического определения следов титана в некоторых модельных средах предприятий резиновых и латексных изделий с чувствительностью 10^{-6} — 10^{-7} %. Продолжительность анализа 1—1,5 часа. Относительная ошибка не превышает 10%.

ЛИТЕРАТУРА

1. Т. А. Белявская, Э. П. Шкробот. Труды комиссии по аналитической химии. 6 (9), 343, АН СССР, Москва, 1955.
2. Л. М. Орлова. Зав. лаборатория, 21, 29, 1955.
3. И. П. Алимарин, Т. А. Белявская, Л. А. Бажанова. Вестник МГУ, серия физ., мат., хим., № 2, 167, М., 1956.
4. И. П. Алимарин, А. М. Медведева. Труды Моск. ин-та тонкой хим. технологии, вып. 6, 3, М., 1956.
5. И. П. Алимарин, А. М. Медведева. Сб. хроматография, ее теория и применение, 373, АН СССР, Москва, 1960.
6. И. П. Алимарин, Т. А. Белявская, Л. А. Бажанова. ЖАХ, 12, 377, 1957.

7. Т. А. Белявская, И. П. Алимарин, И. Ф. Колосова. ЖАХ, 13, 668, 1958.
 8. Д. И. Рябчиков, В. Е. Бухтиаров. ЖАХ, 15, 242, 1960.
 9. И. К. Цитович. Журнал ВХО им. Д. И. Менделеева № 6, 711, 1961.
 10. Р. Д. Глуховская, Ю. Л. Лельчук, Е. Д. Луккер. Изв. ТПИ, 1968.
 11. Р. Д. Глуховская, Ю. Л. Лельчук, Е. Д. Луккер. Изв. ТПИ, 1968.
 12. Е. А. Матерова, Ж. Л. Верт, Г. П. Тринберг. ЖОХ, 24, 953, 1954.
 13. Т. М. Панченков, В. И. Горшков, Н. В. Кукланова. ЖФХ, 32, 361, 1968.
 14. А. Г. Давыдов, Р. Ф. Скоблинок. Коллоидный журнал, 18, 163, 1956.
 15. А. Г. Давыдов, Р. Ф. Скоблинок. Ученые записки ХГУ, 12, 293, 1954.
 16. А. Г. Давыдов, Л. И. Понировская. Ученые записки ХГУ, 12, 300, 1954.
 17. А. Г. Давыдов, Р. Ф. Скоблинок. Уч. записки ХГУ, 10, 195, 205, 1953.
 18. А. Г. Давыдов. Научные доклады высшей школы. Химия и хим. технология № 2, 271, 1958.
 19. Вигнер. Избранные работы, 109, 1941.
-