

образца на подложке из борной кислоты [1]. Пробоподготовка для рентгенофлуоресцентного анализа с полным внешним отражением (РФА ПВО) заключалась в приготовлении суспензий с помощью мокрого измельчения: в шаровую мельницу помещали шары диаметром 1 мм из ZrO_2 , 20 мг образца, 3 мл бидистиллированной воды, 100 мкл внутреннего стандарта Ga. Затем 10 мкл полученной суспензии наносили на кварцевую подложку отражатель, высушивали и измеряли с помощью спектрометра S2 Picofox (Bruker GmbH). Для оценки неоднородности керамики рассчитывали коэффициенты вариации (CV), характеризующие расхождения между содержаниями, полученными для разных частей фрагмента керамики, которые приведены в таблице 1. Дополнительно в таблице 1 представлены содержания некоторых порообразующих

элементов в % (Al_2O_3 , K_2O , CaO, TiO_2 , MnO, Fe_2O_3) и микроэлементов в мкг/г (Ni, Zn, Rb, Sr).

Как видно из таблицы 1, значения CV зависят от способа подготовки проб и анализа, а также от типа керамики, и могут достигать 25 %, что необходимо учитывать при исследовании элементного анализа керамики ограниченной массы.

Исследование проведено при финансовой поддержке гранта Иркутского государственного университета для молодых учёных №091-21-311 «Оценка неоднородности химического состава древней керамики с использованием различных вариантов рентгенофлуоресцентных спектрометров» с помощью оборудования Центров коллективного пользования СО РАН «Изотопно-геохимических исследований» и «Геодинамика и геохронология».

Список литературы

1. Пашкова Г. В., Мухамедова М. М., Чубаров В. М., Мальцев А. С., Амосова А. А., Демонтерова Е. И., Михеева Е. А., Шергин Д. Л.,

Пеллинен В. А., Тетенькин А. В. // *Аналитика и контроль*, 2021. – Т. 25. – №1. – С. 20–33. – DOI: 10.15826/analitika.2021.25.1.001.

ИЗУЧЕНИЕ УСЛОВИЙ ВСКРЫТИЯ ДИОКСИДА ТИТАНА ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Ф. М. Назмутдинова

Научный руководитель – к.х.н., доцент Г. Н. Амелина

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, дом 30, ftm1@tpu.ru

Диоксид титана имеет обширные области применения. Для анализа содержания титана в материалах на различных этапах производства нашёл применение фотометрический метод, основанный на образовании пероксидного комплекса $[TiO_2(H_2O_2)(SO_4)_2]^{2+}$ в среде серной кислоты [1]. Методика предполагает вскрытие титансодержащих образцов сплавлением с пиросульфатом калия при 700 °С в течение 15–20 минут и дальнейшем выщелачиванием плавов 5 %-ной серной кислотой. При обработке методики на различных образцах было обнаружено, что вскрытие пробы протекает не полностью. Нами было изучено влияние на полноту вскрытия пробы времени сплавления, избытка гидросульфата натрия и концентрации кислоты при выщелачивании плавов.

Для обработки методики использовали диоксид титана, содержащий 8 % диоксида алюминия (по результатам рентгенофлуоресцентно-

го анализа). Для вскрытия брали гидросульфат натрия.

Сплавление проводилось в муфельной печи при 700 °С в течение 40 и 60 минут. Для проверки влияния количества $NaHSO_4$ брали его с избытком 50 % и 100 % от стехиометрии.

Выщелачивание титана из плавов проводили серной кислотой концентрацией 5, 10, 15 и 20 % при нагревании приблизительно до 80 °С.

Полученные растворы отфильтровывали в мерные колбы через фильтр «синяя лента», доводили раствор серной кислотой или водой до 400 мл, конечная концентрация H_2SO_4 составляла 5 %, предположительно содержание титана – 0,5 мг/мл. На фильтре оставался осадок белого цвета.

Для фотометрического определения из этого раствора отбирали аликвоты объёмом от 5 до 80 мл, добавляли по 1 мл ортофосфорной кис-

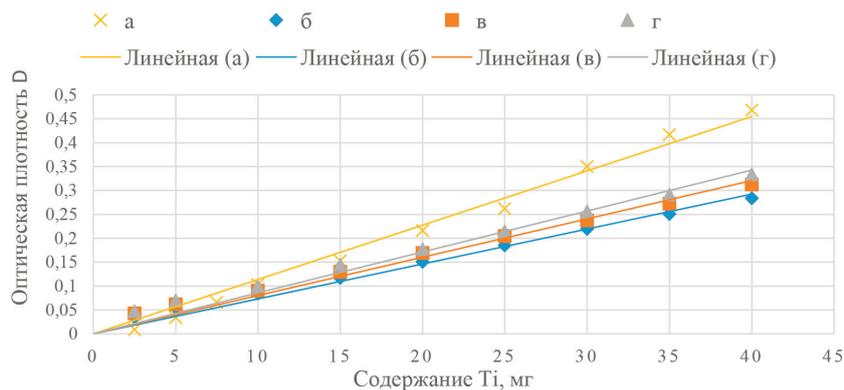


Рис. 1. Зависимость оптической плотности от содержания титана. Время сплавления 40 минут. Избыток NaHSO_4 100 % от стехиометрии; концентрация кислоты при выщелачивании: а) 5 %; б) 10 %; в) 15 %; г) 20 %

Таблица 1. Условия вскрытия образцов диоксида титана

№ опыта	Избыток NaHSO_4 , %	t сплавления, мин	Концентрация H_2SO_4 при выщелачивании, %
1	50	40	5
2	100	40	5
3	50	60	5
4	100	60	5
5	50	40	10
6	50	40	20
7	100	40	10
8	100	40	15
9	100	40	20

лоты, 10 капель 5 %-ного пероксида водорода и доводили до 100 мл 5 %-ной серной кислотой.

Список литературы

1. Миронов И. В. Оптические методы анализа. Методическое пособие по курсу «Инструментальные методы анализа». – Новоси-

бирск: Новосибирский государственный университет, 2013. – С. 22–26.

Оптическую плотность анализируемых растворов измеряли на спектрофотометре ПЭ-5400ВИ при длине волны $\lambda = 410$ нм. В качестве раствора сравнения использовали воду [1].

В таблице 1 представлены условия вскрытия проб.

Было установлено, что вскрытие образца диоксида титана при избытке NaHSO_4 50 и 100 % и выщелачивании 5 % серной кислотой более полно происходит в случае сплавления в течение 40 минут. При сплавлении шихты в течение 40 минут и последующем выщелачивании плава 5 %-ной H_2SO_4 более полное вскрытие наблюдалось для избытка NaHSO_4 в 100 % от стехиометрического. При сплавлении в течении 40 минут с избытком NaHSO_4 100 % плавы более эффективно выщелачиваются 5 %-ной серной кислотой (рисунок 1).