

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
МАЛЫХ КОЛИЧЕСТВ ТИТАНА В ХЛОРНОЙ КИСЛОТЕ,
ХЛОРНОКИСЛЫХ АММОНИИ, НАТРИИ
И ЛЮМИНОФОРЕ Л-34 С ПОМОЩЬЮ
ДИАНТИПИРИЛМЕТАНА**

Л. Л. СКРИПОВА, Г. А. ЧЕРВЕНЧУК, А. Н. ПОКРОВСКАЯ

(Рекомендована научно-методическим семинаром химико-технологического
факультета)

Диантипирилметан как высокоизбирательный и чувствительный реагент широко применяется для фотометрического определения титана в разных объектах. В кислой среде диантипирилметан с титаном образует окрашенный в желтый цвет комплексный катион $[\text{TiD}_3]^{4+}$ [1,3]. По своей чувствительности (0,01 мг/мл) этот метод превосходит в 25 раз способ с перекисью водорода и сравним с методом, где применяется хромотроповая кислота.

В отличие от последнего применение диантипирилметана не требует строгой регулировки pH. Комплекс образуется в широком интервале кислотности от 0,1 до 5—6 н. соляной кислоты. Определению не мешают ванадий, ниобий, тантал, вольфрам, молибден, железо (2+), кобальт, никель, хром, алюминий, марганец и др. [4].

Очень важным преимуществом, которым не обладает ни один из известных колориметрических методов определения титана, является возможность определения последнего в присутствии значительных количеств фторидов и фосфатов [5], что существенно при определении титана в люминофоре Л-34, содержащем в своем составе фториды и фосфаты.

Мешает реакции железо (3+), но его можно восстановить аскорбиновой кислотой. Мешает также анион хлорной кислоты, который дает с диантипирилметаном нерастворимый в воде осадок, но хорошо растворяющийся в хлороформе.

Нами установлено, что взаимодействие иона ClO_4^1 с диантипирилметаном происходит в соотношении 1:2. Осадок трудно отделяется от раствора. Чтобы избежать мешающего влияния иона ClO_4^1 , мы применили метод отделения титана из растворов, содержащих ион ClO_4^1 в виде гидроокиси с коллектором, в качестве которого выбрали гидроокись железа [6].

Диантипирилметан был нами синтезирован по методике, приведенной в работах В. П. Живописцева [7].

Ход анализа. Навеску вещества 1—2 г, помещенную в стакан емкостью 50 мл, растворяют в 5—6 мл воды, добавляют раствор хлорного железа в количестве, соответствующем 0,006—0,007 г железа, нагревают почти до кипения и осаждают железо и титан концентрированным аммиаком, добавляя его до слабого запаха. Разбавляют горячей водой до 10—15 мл и фильтруют через маленький фильтр с белой или красной лентой. Промывают стакан горячей водой 3 раза и осадок на филь-

тре 5 раз. Осадок на фильтре растворяют 25%-ным раствором серной кислоты, прибавляя его по каплям. Раствор собирают в те же стаканы, в которых проводилось осаждение. Фильтры несколько раз промывают 20%-ным раствором серной кислоты. К полученному раствору добавляют 0,07—0,08 г аскорбиновой кислоты, 2 капли 5%-ного раствора сернокислой меди (катализатор восстановления железа (3+), добавляют 5 мл 5%-ного раствора диантипирилметана. Раствор переносят в мерные колбы емкостью 25 мл, объем доводят до метки 25%-ным раствором серной кислоты, тщательно перемешивают и через 30—40 минут колориметрируют на ФЭК-Н-57 в кюветах 50 мм со светофильтром № 2 (413 мкм). Раствор сравнения — вода. Ставится также холостая проба. Количество титана определяется по калибровочному графику, построенному в тех же условиях, в которых обрабатывают пробу.

При определении титана в люминофоре Л-34 навеску 0,25 г последнего обрабатывают в стакане емк. 50 мл при нагревании 5—7 мин. 5 мл конц. очищенной соляной кислотой. Нерастворимый остаток отфильтровывают через маленький беззольный фильтр с белой лентой, промывают фильтр несколько раз горячей водой. Раствор собирают в мерную колбу емк. 25 мл. Остаток с фильтром озоляют в платиновом тигле и сплавляют с 0,12 г гидросульфата калия с добавлением 2—3 капель конц. серной кислоты. Плав растворяют в воде с добавлением 1—2 капель конц. соляной кислоты и полученный раствор соединяют с основным раствором навески. Дальнейшая обработка раствора проводится, как описано выше, но без добавления железа и осаждения гидроокисей. Постановка холостой пробы обязательна. В последнюю вносят все реактивы и гидросульфат калия.

Методика проверена методом добавок. Опытные данные обработаны методом математической статистики и результаты сведены в таблицу.

Т а б л и ц а

№ п.п.	Измеряемая величина, мкг Тi/г навески	n	\bar{x} мкг	$\pm S_{\bar{x}}$	$t_{0,95}$	ϵ	$\epsilon\%$
1	Хлорная кислота	7	0,23	0,0034	2,25	0,008	3,4
2	Хлорноокислый аммоний	11	0,33	0,0064	2,23	0,014	4,2
3	Хлорноокислый натрий	17	1,44	0,038	2,12	0,08	5,7
4	Люминофор Л-34 с учетом н/остатка	8	28,4	0,99	2,365	2,34	8,4
5	Люминофор Л-34 без учета н/остатка	16	18,7	0,34	2,161	0,724	3,66

ЛИТЕРАТУРА

1. А. А. Минин. Комплексные соединения титана с некоторыми производными антипирина. Ученые записки Перм. ун-та, XV, 4, 96, 1958.
2. А. А. Минин, С. А. Ерофеева. К вопросу колориметрического определения титана при помощи диантипирилметана. Ученые записки Перм. ун-та, XIX, 1, 97, 1961.
3. А. К. Бабко, М. М. Тананайко. Исследование комплексообразования в системе титан (4+) — диантипирилметан — роданид. Ж. неорг. химии, 7, 562, 1962.
4. В. П. Живописцев. Применение диантипирилметана в аналитической химии. Завод. лабор. 9, 1043, 1965.
5. В. П. Живописцев, А. А. Минин, Л. Л. Милютина. Диантипирилметан как реактив для определения титана. Рефераты докладов на VII конференции работников заводских и производственных лабораторий Казахстана и Средней Азии. 1964.
6. В. А. Зинченко, С. И. Рудина. Колориметрическое определение титана в алюминии и магнии с применением диантипирилметана. Завод. лабор. 8, 956, 1961.
- В. П. Живописцев. Новая методика определения кадмия. Завод. лабор. 10, 1186, 1950.