

ПРИМЕНЕНИЕ АНИОННОГО ОБМЕНА ДЛЯ ОТДЕЛЕНИЯ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ СЛЕДОВ ТИТАНА

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

(Представлена научным семинаром кафедры аналит. химии)

Изучение сорбции и десорбции анионных хлоридных комплексов ряда металлов на анионитах АН-2Ф и цералит FF позволило нам разработать высокочувствительные методы определения следов железа [1—3] и следов меди и железа из одной навески [4] в некоторых материалах производства люминофора Л-34.

В настоящем сообщении приводятся результаты изучения сорбции и десорбции хлоридных комплексов титана на тех же анионитах. Цель работы — выяснить условия отделения и концентрирования следов этого элемента и разработать метод одновременного определения следов железа, меди и титана из одной навески в тех же материалах.

Экспериментальная часть

Соляная кислота была практически полностью очищена от следов меди, железа и титана изотермической перегонкой с последующей хроматографической очисткой на колонках с АН-2Ф и цералит FF.

Исходный стандартный раствор титана с титром 100 мкг/мл готовился из двуокиси титана путем сплавления с тиосульфатом калия. Титр раствора проверен весовым методом [5].

Рабочие стандартные растворы с титром 1 и 5 мкг/мл готовились разбавлением исходного раствора соляной кислотой соответствующей концентрации.

Титан в исследуемых растворах определялся фотометрически в виде окрашенного комплекса с диантипирилметаном [6]. Последний был синтезирован конденсацией антипирина с формальдегидом в солянокислой среде [7].

Калибровочный график строился в пределах от 1 до 10 мкг при рН 4—5. В мерные колбочки емкостью 25 мл дают стандартного раствора титана от 1 до 10 мкг , по 1 мл 7%-ного раствора аскорбиновой кислоты, 2 капли 5%-ного раствора сульфата меди, 5 мл 5%-ного раствора диантипирилметана и объем раствора доводят 5 N соляной кислотой до метки. Содержимое колбочек перемешивают и через 30—40 мин. измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной слоя 5 см при синем светофильтре с максимумом пропускания в 413 нм . Раствором сравнения служит вода. Показания оптической плотности холостой пробы вычитают из показаний проб.

Подготовка колонок к работе описана нами ранее [1—4]. В самом

начале было установлено, что титан из растворов соли титана в 0,1 N соляной кислоте не сорбируется анионитами. Кислота этой концентрации использована нами в дальнейшем для элюирования титана из анионитовых колонок.

Изучение сорбции титана в растворах соляной кислоты различной концентрации проводилось следующим образом: через колонки, наполненные АН-2Ф или цералитом FF с высотой слоя в 22 см, пропускали 10 мл соляной кислоты данной нормальности с определенной добавкой титана, со скоростью 2—3 мл в минуту. Зарядку анионита в Cl-форму и промывание сорбированного комплекса проводили соляной кислотой той же концентрации. Элюирование титана осуществляли 0,1N соляной кислотой, в отдельных порциях которой определялся титан с диантипирилметаном [6]. Проведенные опыты показали, что хлоридный комплекс титана не сорбируется цералитом FF и полностью вымывается 40—60 мл соляной кислоты при концентрации от 0,1 до 10 N. Аналогичные результаты получены на АН-2Ф при концентрации HCl от 0,1 до 6 N. Однако при применении более концентрированных растворов HCl поведение хлоридного комплекса титана по отношению к АН-2Ф резко меняется. Из кривой сорбции (рис. 1) видно, что в растворах 7 N соля-

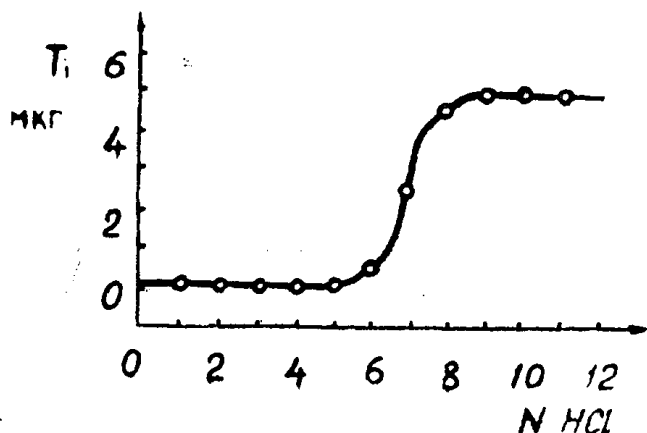


Рис. 1. Кривая сорбции хлоридного комплекса титана.

ной кислоты наблюдается частичная сорбция, а в 8—10 N концентрации анионит прочно удерживает комплекс, который не удаляется при пропускании еще 100 мл соляной кислоты той же концентрации.

Кривая на рис. 2 характеризует динамику элюирования сорбиро-

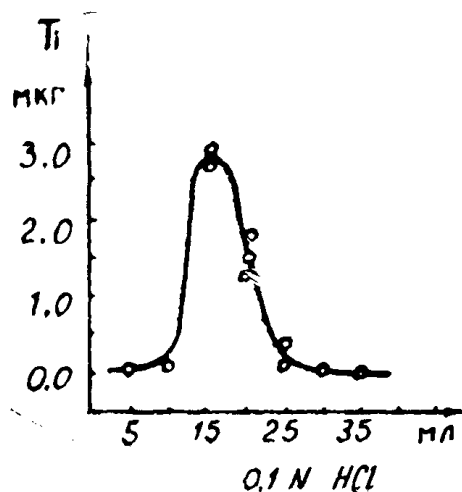


Рис. 2. Кривая элюирования хлоридного комплекса титана.

ванного хлоридного комплекса титана из анионитовой колонки с АН-2Ф. Для полного вымывания титана достаточно 15—20 мл 0,1 N соляной кислоты.

Нами также определены обменные емкости анионитов по титану в статических условиях по описанной ранее методике [4] и вычислены коэффициенты распределения (ϕ). Полученные данные приведены в таблице.

Таблица

**Результаты изучения обменной емкости анионитов
по титану в статических условиях
(Объем раствора 50 мл. Количество анионита 0,25 мг.
Добавлено титана 4,658 мг)**

Нормальность HCl	Марка анионита	После установления равновесия, титан, мг		Коэффициент распределения
		найденно в растворе	сорбировано анионитом	
4	цералит FF	2,475	2,183	176
5	»	2,500	2,158	172
6	»	2,375	2,283	184
7	»	2,350	2,308	196
8	»	2,350	2,308	196
9	»	2,350	2,308	196
10	»	2,275	2,383	296
11	»	2,325	2,333	201
4	АН-2Ф	2,375	2,283	184
5	»	2,450	2,208	180
6	»	2,375	2,283	184
7	»	2,338	2,320	194
8	»	2,325	2,333	201
9	»	1,800	2,858	318
10	»	1,375	3,283	478
11	»	1,300	3,358	516

Выводы

Изучены процессы сорбции и десорбции титана на анионитах цералит FF и АН-2Ф. Установлено, что в динамических условиях титан не сорбируется цералитом FF из растворов HCl 0,1—10 N, но он количественно сорбируется анионитом АН-2Ф при концентрации HCl 8—10 N. Для элюирования сорбированного титана достаточно 15—20 мл 0,1 N HCl.

Полученные данные использованы для разработки сорбционно-фотометрического метода определения следов титана в некоторых материалах.

ЛИТЕРАТУРА

1. Р. Д. Глуховская, Ю. Л. Лельчук. Труды научно-технической конференции Томского отд. ВХО им. Менделеева. 54, 1968.
2. Р. Д. Глуховская, Ю. Л. Лельчук. Тезисы докладов совещания по аналитической химии полупроводниковых веществ. 19, 46, Кишинев, 1965.
3. Р. Д. Глуховская, Ю. Л. Лельчук, Е. Д. Луккер. Изв. ТПИ, т. 152, 52, 68, (1969).
4. Ю. Л. Лельчук, Р. Д. Глуховская, Е. Д. Луккер, Г. Н. Дембовская. Изв. ТПИ, т. 174, 68 (1968).
5. Ю. Н. Книпович, Ю. В. Морачевский. Анализ минерального сырья. Госхимиздат, Л., 755, 1956.
6. Л. Л. Скрипова, Г. А. Червенчук, А. Н. Покровская. Изв. ТПИ, т. 174, 1968.
7. В. П. Живописцев. Заводская лаборатория, № 10, 1186 (1960).