

## ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ С КСИЛЕНОЛОВЫМ ОРАНЖЕВЫМ В ЖЕЛЕЗЕ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

В. Б. СОКОЛОВИЧ, В. А. МАЛЕВАННЫЙ, Ю. Л. ЛЕЛЬЧУК

(Представлена научно-методическим семинаром ХТФ)

Среди фотометрических реактивов на алюминий ксиленоловый оранжевый выделяется повышенной специфической чувствительностью к железу. Как показали Малеванный и Лельчук [1], специфическая чувствительность ксиленолового оранжевого к железу (III) составляет 3,3, а к железу (II) — 5,0, специфическая же чувствительность к железу метилтимолового синего характеризуется величинами соответственно 1,9 и 2,9, алюминона — 0,9 и 0,8 и т. д.

Ксиленоловый оранжевый известен как фотометрический реактив на многие элементы. Для определения алюминия он используется с 1957 г. [2]. Установлено, что взаимодействие алюминия с ксиленовым оранжевым протекает медленно в условиях комнатной температуры и ускоряется нагреванием [3]. Наибольшая чувствительность достигается при pH 3,0 [2]. Влияние посторонних ионов зависит от pH раствора и может быть уменьшено путем маскировки их трилоном Б.

Ксиленовый оранжевый был применен с целью увеличения точности фотометрического определения алюминия в железе высокой чистоты.

В работе использованы трижды перегнанная вода, изопирическая соляная кислота, полученная при изотермической перегонке концентрированной соляной кислоты. Остальные реактивы квалификации х.ч. или ч.д.а.

0,1%-ный водный раствор ксиленолового оранжевого приготовлен из импортного препарата фирмы «Chemapol». Исходный стандартный раствор алюминия с содержанием 1000 мкг в 1 мл приготовлен из сульфата алюминия особой чистоты (класс А<sub>2</sub> ВТУ 3—334—60).

Рабочий стандартный раствор и раствор аскорбиновой кислоты используются свежеприготовленными.

### Построение калибровочного графика

Из исходного стандартного раствора алюминия с содержанием 1000 мкг в 1 мл готовится рабочий раствор, содержащий 1 мкг алюминия в 1 мл.

В ряд мерных колбочек ёмкостью по 50 мл вносится по 5 мл ацетатного буфера с pH 3,0—3,3, по 1 мл 0,1%-ного раствора аскорбиновой кислоты и требуемые объемы рабочего стандартного раствора, соответствующие содержанию 0, 1, 2, 3 и т. д. до 10 мкг алюминия. Через 3—5 минут после смешения прибавляется по 2 мл 0,1%-ного раствора ксиленолового оранжевого и объем доводится тридистиллатом примерно до 20 мл.

Колбочки помещаются на кипящую водяную баню и нагреваются в течение трех минут. После быстрого охлаждения вносится по 3 мл 0,025 М раствора трилона Б, объем доводится ацетатным буфером до метки, перемешивается и через 20—25 минут по окончании нагревания измеряется оптическая плотность растворов на ФЭК-Н-57 в кюветах с толщиной слоя в 30 мм при зеленом светофильтре № 5 с максимумом пропускания 536 мкм. Раствор сравнения — тридистиллат. Из оптической плотности каждого раствора вычитается оптическая плотность раствора с нулевым содержанием алюминия и по полученным данным строится калибровочный график.

Определение может быть закончено и без калибровочного графика по приведенной ниже методике.

### Ход анализа

Навеска железа в пределах 0,5 г вносится в кварцевый стаканчик, заливается 10 мл изопирической соляной кислоты ~8N, подогревается 10—15 минут до полного разложения. Для окисления железа до трехвалентного к раствору прибавляется 15 капель азотной кислоты (1:1). Окислы азота удаляются нагреванием. Раствор охлаждается, переливается в делительную воронку, стаканчик ополаскивается 5 мл изопирической ~8N соляной кислоты. Из 6N солянокислого раствора железо экстрагируется диэтиловым эфиром в виде хлоридных комплексов. Экстракция проводится трехкратно порциями эфира по 20 мл при трехминутном встряхивании. Водный слой спускается в стаканчик и следы эфира удаляются при слабом подогревании. Охлажденный раствор нейтрализуется гидроокисью аммония до pH ~3,0, переливается в мерную колбу емкостью 50 мл, разбавляется ацетатным буфером с pH 3,0—3,3 до метки.

Далее анализ продолжается с аликвотной частью полученного раствора. Объем аликвота зависит от ожидаемого количества алюминия. При содержании алюминия в пределах  $10^{-4}\%$  и ниже дальнейшим операциям анализа подвергается весь раствор, полученный при разложении навески. При содержании алюминия в пределах  $10^{-3}$ — $10^{-2}\%$  используется аликвот в 10 мл и меньше.

Аликвот вносится в мерную колбочку емкостью 50 мл, прибавляется 1 мл 0,1%-ного раствора аскорбиновой кислоты для восстановления следов железа и примерно через 5 минут 2 мл 0,1%-ного раствора кислородного оранжевого. Раствор нагревается в течение трех минут на кипящей водяной бане. После быстрого охлаждения к раствору прибавляется 3 мл 0,025 М раствора трилона Б и ацетатный буфер до метки. Через все стадии анализа (включая экстракцию) проводится и холостая проба. При окончании определения без калибровочного графика параллельно также обрабатывается точная порция стандартного раствора алюминия.

Через 20—25 минут по окончании нагревания оптические плотности растворов измеряются на ФЭК-Н-57 в кюветах с толщиной слоя 30 мм при зеленом светофильтре № 5 с максимумом пропускания 536 мкм. Раствор сравнения — тридистиллат.

Содержание алюминия определяется по калибровочному графику или вычисляется в весовых процентах по формуле, полученной нами для аликвота в 10 мл:

$$\% \text{ АК} = \frac{C_{\text{Al}} \cdot (D_x - D_0)}{(D_{\text{ст.}} - D_0)} \cdot 10^{-3} \quad [4]$$

Точность предлагаемого метода проверялась на стандартных растворах алюминия, проведенных через все стадии анализа, и методом добавок на образцах железа.

Результаты статистической обработки экспериментальных данных, полученных при анализе, приведены в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

**Результаты фотометрического определения алюминия  
с ксиленоловым оранжевым в железе высокой чистоты**

| Измеряемая величина | $n$ | $\bar{x} \cdot 10^{-3}$ | $S_x \cdot 10^{-3}$ | $S_{\bar{x}} \cdot 10^{-3}$ | $\alpha$ | $\tau$ | $\varepsilon \cdot 10^{-3}$ | Результаты эксперимента   | Относит. ошибка |
|---------------------|-----|-------------------------|---------------------|-----------------------------|----------|--------|-----------------------------|---------------------------|-----------------|
| Al, %               | 18  | 4,20                    | 0,315               | $\pm 0,073$                 | 0,95     | 2,11   | $\pm 0,154$                 | $4,35-4,05 \cdot 10^{-3}$ | $\pm 3,57$      |
| Al, %               | 19  | 4,19                    | 0,183               | $\pm 0,043$                 | 0,95     | 2,10   | $\pm 0,09$                  | $4,28-4,10 \cdot 10^{-3}$ | $\pm 2,14$      |

**Выводы**

Разработан фотометрический метод определения следов алюминия в железе высокой чистоты с ксиленоловым оранжевым. Чувствительность при навеске анализируемого железа в 1 г —  $1 \cdot 10^{-4}\%$ . Точность определения  $\pm 2-4\%$ . Продолжительность анализа 3—4 часа.

**ЛИТЕРАТУРА**

1. В. А. Малеванный, Ю. Л. Лельчук. О количественной оценке мешающего действия посторонних катионов в спектрофотометрическом методе анализа. Ж. аналит. хим. XXIII, 10, 1558, 1968.
2. В. Н. Тихонов. Фотометрическое определение алюминия с использованием ксиленолового оранжевого. Ж. аналит. хим. XX, 9, 941, 1965.
3. А. И. Черкасов, Б. Н. Казаков, В. С. Тонкошуров. Изучение кинетики реакции взаимодействия ионов алюминия с ксиленоловым оранжевым и алюмокреоном. М. аналит. хим. XXII, 10, 1464, 1967.
4. В. Б. Соколов, В. А. Малеванный, Ю. Л. Лельчук. Фотометрическое определение алюминия в железе высокой чистоты. Изв. ТПИ (в печати).