

鉄中釩、鈦の光譜定量分析

中国科学院化工冶金研究所

1959 年 9 月 25 日

鐵中鈮、鈦的光譜定量分析

鈮、鈦与过氧化氢形成有色络合物的特性，早就被用来作为鈮、鈦的定量分析^[3, 7, 8]。由于鈮与鈦及其它离子間的干涉，在分析时須作氢氟酸等的分离手續^[2]。Weissler^[5, 6]提出在过氯酸溶液中鈮和鈦过氧絡合物的吸收光譜間存在着加和性，而进行了鋼鉄中鈮、鈦的同时測定。我們根据 Weissler 的方法分析了鉄中鈮、鈦的含量。

实验与結果

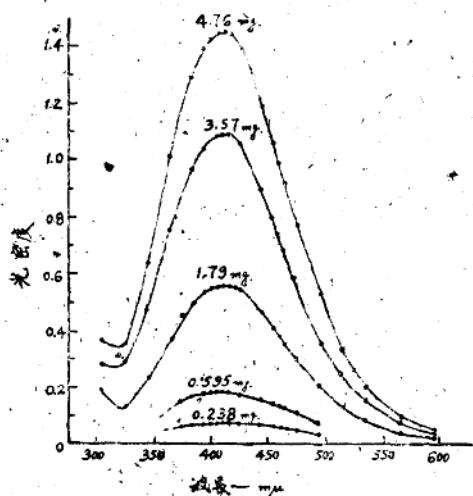
我們用 Uvispek H700 分光光度計直接讀得溶液的光密度。根据仪器的設計規格，在不同的波长，我們是用不同的狹縫，例如在 $400\text{m}\mu$ 我們用 0.14mm 的狹縫。本工作所用的溶液槽为 Hilger all-glass absorption cell，其厚度 1 公分。溶液配制方法如下：

鈮的标准溶液：称 2.43 克分析純的鈮酸鉍，溶于 100 毫升 1:1 硫酸中，稀释到 1 公升。得到每毫升含有 1.05 毫克的标准鈮溶液。

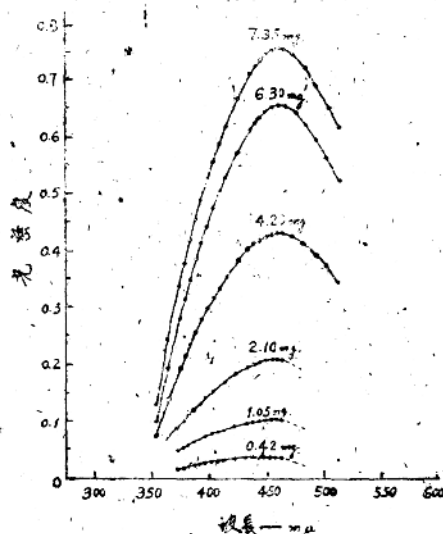
鈦的标准溶液：称 1.0026 克光谱純的二氧化鈦，溶于 10 克硫酸鉍和 50 毫升浓硫酸中，稀释到 1 公升。这样得到每毫升含有 0.601 毫克的标准鈦溶液。

1. 鈦、鈮过氧化物吸收光譜

将不同量的鈦、鈮标准溶液分別地加于 10 毫升 70% 过氯酸溶液，然后稀到 50 毫升。測得的光密曲綫如图一及图二所示。不同鈦含量的光密度波峯都是在 $410\text{m}\mu$ ，在 $315\text{m}\mu$



图一



图二

左右出现一个低的光密度值, 钒溶液的光密度波峰都出现在 $460m\mu$ 。

图三及图四表示钛、钒在 $410m\mu$ 和 $460m\mu$ 波长时均符合比尔定律。实验所得的消光系数都符合于 Weissler 的结果^[5], 见表一:

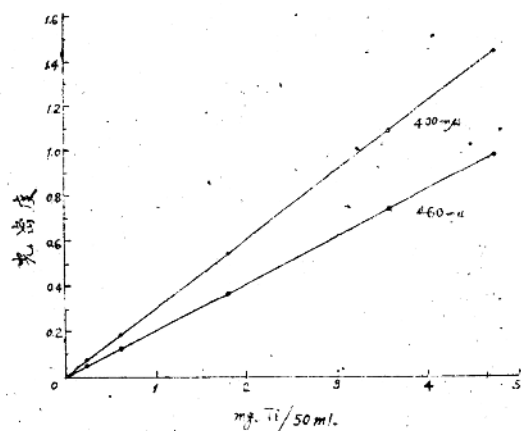


图 三

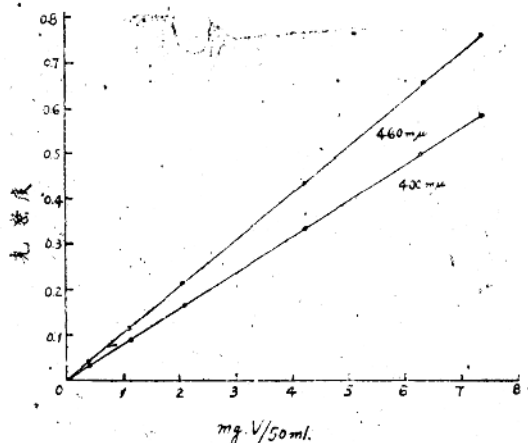


图 四

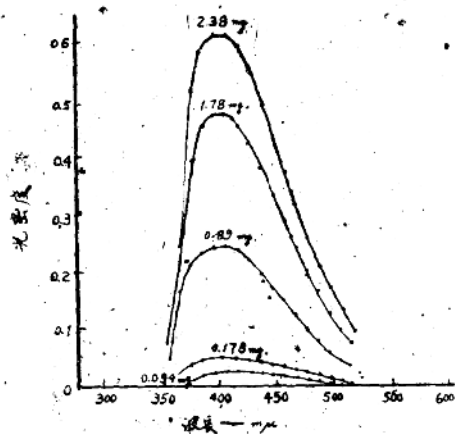
表一 消光系数

本实验所得	钛		钒	
	$410m\mu$	$460m\mu$	$410m\mu$	$460m\mu$
	0.305	0.210	0.078	0.102
Weissler 所得	0.304	0.205	0.074	0.100

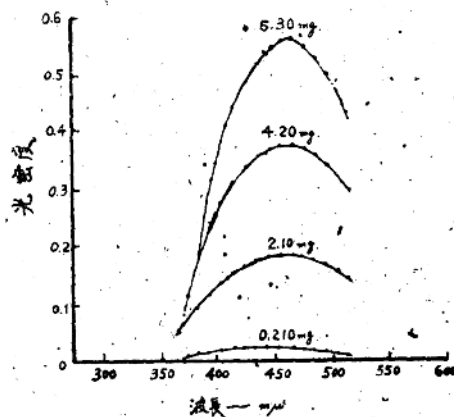
2. 鐵中钛、钒过氧化物的吸收光谱

将不同量的标准溶液分别地加入在 1 克电解鉄細粉里, 经过过氧酸硝酸处理^[6], 再加

过氧酸-磷酸溶液, 然后进行光密度的测定。所得结果如图五及图六所示。现在钛溶液的光密度曲线的波峰均出现在 $400\text{m}\mu$, 而钒的光密度波峰则仍然在 $460\text{m}\mu$ 。

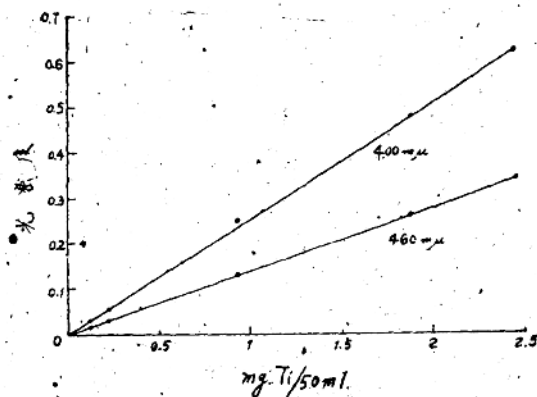


图五

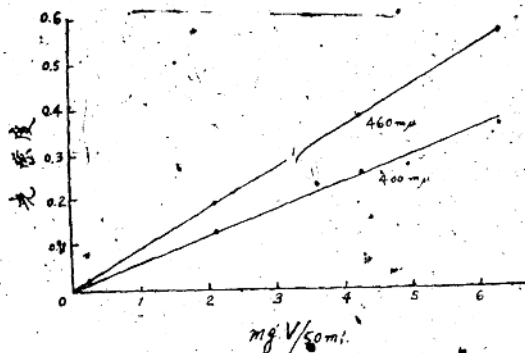


图六

图七及图八显示出很好的线性关系, 符合比尔定律。实验得的消光系数见于表二。



图七



图八

表二 消光系数

本实验所得	钛		钒	
	410m μ	460m μ	410m μ	460m μ
	0.268	0.140	0.056	0.086
Weissler 所得 ^[4]	0.263	0.134	0.057	0.091

式 設 x 和 y 依次表示每克鉄所含钛和钒的毫克数, 根据表二的实验数据得到下列方程

$$D_{400} = 0.268x + 0.056y$$

$$D_{460} = 0.140x + 0.086y$$

解上式得:

$$x = 5.66D_{400} - 3.68D_{460}$$

$$y = 17.6D_{400} - 9.21D_{460}$$

所以由溶液在 400m μ 和 460m μ 两波长的光密度, 而求得鉄中钛和钒的含量。

我們取 B. C. S. 标准鉄样用本法进行分析验证, 实验结果列于表三。

表三 标准样品

B. C. S. 标准鉄样			本 实 验 室 所 得			
号 数	Ti, %	V, %	D_{400}	D_{460}	Ti, %	V, %
206/1	0.18	0.13	0.536	0.344	0.177	0.114
236/2	0.07	0.02	0.183	0.167	0.0696	0.020

Weissler^[5]指出: 当加入 50 毫升鉄溶液的过氯酸浓度 70% 超过 15 毫升时, 光密度波峯发生位移。但我們分別在 50 毫升鉄的和钒的溶液中加入含有 20 毫升 70% 过氯酸, 尚未观察到鉄的和钒的溶液的波峯发生显著位移。

参 考 文 献

- [1] Cunningham, T.R., Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 5, 305(1933).
- [2] Dymor, A.M., and Volodina, O. A., Zarodskaya Lab., 5, 1047 (1936).
- [3] Ginsberg, H., Zaanag. allgem. Chem., 211, 401 (1933).
- [4] Pickering, W. F., Anal. Chim. Acta 9, 324(1953).
- [5] Weissler, Alfred, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 17, 695 (1945).
- [6] Weissler, Alfred, ibid., 17, 775(1945).
- [7] Weller, A., Ber., 15B, 2593 (1882).
- [8] Wright, E. R., With Mellon, M.G., Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 9, 375 (1937).