

А. В. НИКОЛАЕВ и А. А. СОРОКИНА

КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛИТИЯ

(Представлено академиком И. И. Черняевым 6 II 1951)

В. И. Кузнецов (1), предложивший качественную цветную реакцию на литий, указал на принципиальную возможность количественного колориметрического определения лития и отметил, что это еще никем не сделано.

Реактив Кузнецова (бензол-2-арсоновая кислота-(1-азо-1)-2-окси-нафталин-3,6-дисульфокислота) обладает большой чувствительностью, и потому определению подлежат малые количества лития. Колориметрирование велось путем визуального сравнения со шкалой с количеством лития от 0,175 до 0,50 мг с интервалом в 0,025 мг. Исследуемый раствор и стандартные растворы доводились до объема 50 мл.

В случае определения чистой соли лития после разведения пробы до 50 мл прибавляют 2,5 мл 20% раствора КОН и 0,5 мл раствора стеарата натрия. Через 15 мин. в пробирки вносят по 0,9 мл раствора реактива Кузнецова (0,1 г в 100 мл воды) и производят сравнение анализируемой пробы со стандартной шкалой.

Повторные определения повышают точность анализа, поэтому рекомендуется производить определения вторично или же из двух аликвотных частей анализируемого раствора и брать среднее значение.

Так как соли натрия, калия, магния и кальция всегда сопровождаются литий, часто в превосходящих количествах, то было важно выяснить их влияние при количественном определении лития.

Установлено, что присутствие сульфатов и хлоридов калия и натрия не влияет на окраску при отношении к литию 250:1, 300:1 и 500:1.

Кальций и магний мешают определению лития. Было найдено, что в присутствии спиртового раствора стеарата натрия 5—6% Са и Mg от количества лития не сказываются на определении, а при 14—17% Са и Mg получают завышенные результаты. Поэтому возникла необходимость отделения кальция и магния перед определением лития. Наилучшие результаты были получены при отделении Са и Mg поташом (20% раствора). Нужно избегать избытка поташа; так, 0,1 г избытка на 50 мл заметно снижает окраску от лития, что приводит к заниженным данным, как видно из табл. 1.

Таблица 1

Взято Li, мг	Содерж. K_2CO_3 г, в 50 мл	Получено Li, мг	Ошибка в %
0,250	0,10	0,248	-0,8
0,275	0,10	0,260	-5,5
0,400	0,10	0,387	-3,2
0,250	0,06	0,250	0,0
0,275	0,06	0,275	0,0
0,400	0,06	0,400	0,0

Для проверки метода при наличии калия, кальция и магния были приготовлены растворы, содержащие 12,5—25 мг Li, 4—5 мг CaO, 1—6 мг MgO и 0,5 г K₂SO₄; Ca и Mg были осаждены поташом, осадки отделены, далее прибавлялся КОН, реактив Кузнецова и производилось колориметрирование (конечный объем 50 мл). Для устранения влияния избытка поташа часть проб фильтрата нейтрализовалась HCl. Результаты приведены в табл. 2.

Таблица 2

Взято Li, мг	Взято CaO, мг	Взято MgO, мг	Взято K ₂ SO ₄ , г	Получено Li, мг с нейтр.	Получено Li, мг без нейтр.	Избыток K ₂ CO ₃ , мг
12,5	4	1	0,5	12,5	12,5	20
12,5	5	6	0,5	12,5	12,5	20
25,0	4	1	0,5	24,0	24,0	50
25,0	5	6	0,5	24,8	24,0	50

Было испытано также отделение Ca и Mg углекислым аммонием. Полученный фильтрат выпаривался досуха и соли аммония удалялись нагревом.

Было проведено специальное определение Li нашим методом в осадке, получаемом по методу Смита—Гуча; оказалось, что предлагаемый нами метод точнее. Результаты этой части работы приведены в табл. 3.

Таблица 3

Взято для анализа				Получено Li, мг, колорим. (K ₂ CO ₃)	Ошибка в %	Получено Li, мг, колорим. [(NH ₄) ₂ CO ₃]	Ошибка в %	Получено Li, мг, вес. способом	Ошибка в %	Контроль вес. метода колорим. осадка	Ошибка в %
Li, мг	CaO, мг	MgO, мг	K ₂ SO ₄ , г								
25	5	6	0,5	25	0,0	24,8	-0,8	26	+4,0	25,2	+1,5
12,5	5	6	0,5	12,5	0,0	13,0	+4,0	15,8	+26	12,0	-4,0

Попытка применить фотоэлектроколориметр к определению лития успеха не имела.

При испытаниях метода в заводской лаборатории отмечено повышение точности результатов параллельных проб, сокращение продолжительности и упрощение хода анализа, малая трудоемкость, исключение изоамилового спирта и уменьшение потребности в платиновой посуде. Предложенный метод повышает оперативность контроля производства, что имеет большое практическое значение для производства.

К недостаткам метода следует отнести трудность разбора оттенков и возможность колориметрирования только при дневном свете или при лампах дневного света.

Московский институт цветных металлов и золота им. М. И. Калинина

Поступило
2 I 1951

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ В. И. Кузнецов, Журн. аналит. хим., 3, в. 5, 295 (1948).