

И.Ю. Козловская, канд. техн. наук, ассист.
(БГТУ, г. Минск)

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛАНТАНА В ПРИСУТСТВИИ АЛЮМИНИЯ В КИСЛОТНЫХ РАСТВОРАХ

Для перевода в раствор лантана, содержание которого в отработанном катализаторе крекинга (ОКК) составляет 1,1–2,1 %, проводят выщелачивание раствором азотной кислоты. ОКК является алюмосиликатным материалом, поэтому при кислотной обработке в раствор также переходит алюминий и микропримеси (преимущественно железо). Учитывая состав полученных растворов выщелачивания, актуальным является выбор метода исследования, который обеспечит получение достоверных данных о содержании в них лантана.

Для определения лантана в азотнокислых растворах выщелачивания ОКК была выбрана фотометрическая методика с арсеназо III. Определение основано на образовании комплексного соединения, окрашенного в малиново-красный цвет при pH 3,0–3,8. Метод характеризуется высокой чувствительностью (предел обнаружения 10–100 мкг/дм³), реакция комплексообразования контрастна – λ_{\max} реагента = 540 нм, λ_{\max} комплекса = 650 нм. Избирательность арсеназо III недостаточно высока, поэтому для устранения мешающего влияния алюминия и железа в анализируемый раствор необходимо вводить тиомочевину и сульфосалициловую кислоту. В случае работы с азотнокислым раствором выщелачивания ОКК, учитывая высокое содержание мешающих агентов, целесообразным является их отделение, а не маскировка. Отделение алюминия и железа проводили осаждением в виде гидроксидов при pH 3,5–6,8, в качестве осадителя использовали 25 %-ный раствор аммиака. Осадок, содержащий гидроксиды железа и алюминия, отделяли на вакуум-фильтре (0,1 МПа).

Основными стадиями в определении лантана в азотнокислых растворах выщелачивания ОКК являются: отбор аликвоты раствора, разбавление, осаждение гидроксидов алюминия и железа, отделение осадка, отбор аликвоты фильтрата, добавление арсеназо III при pH 3,0–3,8, измерение оптической плотности и расчет результатов.

В качестве арбитражного метода определения лантана использовали атомно-абсорбционную спектрометрию. Установлено, что содержание лантана в азотнокислых растворах выщелачивания ОКК при фотометрическом определении на 30–40% ниже, чем при атомно-абсорбционном, что связано с соосаждением лантана с гидроксидами алюминия и железа.