

**В.Н. Басов**

Пермский государственный технический университет

**А.В. Басов, М.А. Горелова**

Пермская государственная фармацевтическая академия

## **КУЛОНОМЕТРИЧЕСКАЯ ГЕНЕРАЦИЯ ТИТАНА (III) В РАСТВОРАХ, СОДЕРЖАЩИХ СТАБИЛИЗАТОР**

*Приведены результаты изучения условий электрогенерации титана (III) в растворах, стабилизированных глицерином.*

Соединения титана (III), обладающие сильными восстановительными свойствами, часто используются в аналитической практике в качестве титрованного раствора (титранта). Однако их применение ограничено вследствие факторов, усложняющих технику работы: частой стандартизацией растворов, необходимостью специального оборудования для хранения рабочих растворов и титрования в инертной атмосфере во избежание окисления титана (III) кислородом воздуха [1]. Установлено, что в присутствии глицерина соединения титана (III) устойчивы и могут быть использованы в качестве титранта в атмосфере воздуха.

Известны способы электрогенерации титана (III) из растворов титана (IV) в серной или соляной кислотах на ртутном, платиновом, графитовом катодах в инертной атмосфере [2].

Целью работы явилось изучение условий электрогенерации титана (III) в растворах, стабилизированных глицерином, что позволяет значительно упростить титанометрические определения окислителей.

В работе использовали потенциостат. В качестве генераторного электрода служил стеклоуглерод, в качестве вспомогательного электрода – графит. Катодное и анодное пространства разделяли керамической пористой перегородкой. Анолитом служил 0,5 моль/л раствор серной кислоты. В качестве метода фиксирования конечной точки титрования применяли потенциометрию с автоматической записью кривой «потенциал индикаторного электрода – время генерации». В качестве катодного повторителя использовали рН-метр. Индикаторный электрод – платиновый, электрод сравнения – хлорид-серебряный.

В предварительных опытах установлено, что в присутствии более 10 об.% глицерина в 2–10 моль/л растворах серной кислоты окисления титана (III) кислородом воздуха в течение 10 мин практически не происходит. Указанного времени достаточно для проведения титрования.

Изучена эффективность тока генерации титана (III) с помощью кривых, связывающих потенциал индикаторного электрода и силу тока, снятых для электрода из стеклоуглерода в различных фоновых электролитах (4–10 моль/л  $H_2SO_4$  и 10 об.% глицерина), а также в присутствии депполяризатора (0,1 моль/л  $TiCl_4$ ). Как видно на рисунке, 100%-ная эффективность тока генерации титана (III) наблюдается при значениях менее 10 мА.

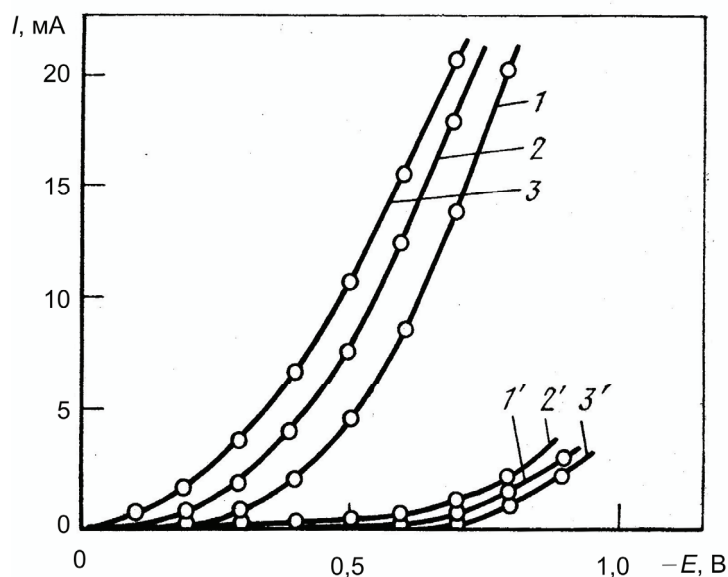


Рис. Кривые зависимости силы тока от потенциала стеклоуглеродного электрода: 1–3 – соответственно 4, 6, 10 моль/л  $H_2SO_4$  + 10 об.% глицерина; 1'–3' – соответственно 4, 6, 10 моль/л  $H_2SO_4$  + 10 об.% глицерина + 0,1 моль/л  $TiCl_4$

В условиях генерации титана (III) проведено кулонометрическое титрование железа (III) в стандартных растворах и сульфитном щелоче Краснокамского целлюлозно-бумажного комбината.

Анализ проводили по следующей методике. В ячейку помещали раствор вспомогательного реагента (10 моль/л  $H_2SO_4$ , 0,1 моль/л  $TiCl_4$  и 10 об.% глицерина), аликвотную порцию исследуемого раствора, включали генераторную и индикаторную цепи установки кулономет-

рического титрования. По скачку потенциала находили конечную точку титрования. Расчет проводили по формуле Фарадея.

При титровании стандартного раствора, содержащего  $2,76 \cdot 10^{-3}$  г железа (III), найдено  $(2,70 \pm 0,06) \cdot 10^{-3}$  г ( $n = 7$ ;  $\alpha = 0,95$ ). Правильность методики определения железа (III) в сульфитном щелоке определена методом добавок. Так, при добавке  $2,57 \cdot 10^{-3}$  г железа (III) найдено  $(2,58 \pm 0,04) \cdot 10^{-3}$  г ( $n = 5$ ;  $\alpha = 0,95$ ). Как видно, результаты определения имеют хорошую сходимость.

### Список литературы

1. Основы аналитической химии. Кн. 1: Общие вопросы. Методы разделения / под ред. Ю.А. Золотова. – М.: Высшая школа, 1996. – 383 с.
2. Аналитическая химия. Проблемы и подходы / под ред. Р. Кельнера, Ж.-М. Мерме, М. Отто, М. Видмера. – Т. 1. – М.: Мир: АСТ, 2004. – 608 с.

Получено 6.12.2010