

ANALYSIS OF IRON-TITANIUM-VANADIUM ALLOYS BY THE METHOD OF A DIFFERENTIAL SPECTROPHOTOMETRY

Ivanov A.V., Nikolaeva T.M.

Institute of Problems of Chemical Physics RAS, Chernogolovka, 142432, Russia

Introduction

Iron-titanium-vanadium alloys are widely used in hydrogen power engineering. It was shown [1] that the character of their interaction with hydrogen mainly is connected with the composition and structure of the phases existing in triangle Ti-Fe-V. For example, in the range 40 – 60 at.% of vanadium with about 2 at.% of iron there is the maximum of absorbing capacity of hydrogen exceeding the content of hydrogen in titanium dihydride. Small additions of iron make for supplementary dissolve of hydrogen in overstoichiometric hydride. It's confirm the necessity of control of initial alloys composition. The method of differential spectrophotometry is suitable and enough precision for the definition of the significant contents of the elements and provide to receive the results with relative standard deviation $S_r \leq 0,01$ [2]. The direct occasion for the exploitation of this method are connected with the difficulties of precision measurement of optical density of the solutions with large absorption. Consist in the comparing of solution's optical density with the optical density of standard solution with the certain amount of defining component in the same analytical form. Thus the so-called relative absorption is determined, which value can be computed from mathematical expression of the Buger-Ber's law.

The purpose of the present investigation is the working of a technique of a full elemental analysis of Ti-Fe-V alloys by the method of a differential spectrophotometry.

Results and discussion

Sample of 0.2 – 0.5 g alloy's chip solved at heating in a mix of acids consisting of 10 mls HCl (1:1), 5 mls HNO₃ (1:1) and 10 mls H₂SO₄ (1:1). The analysis executed on the spectrophotometer SP-4A in glass cuvette with different length of optical distance. The contents of iron in alloys determined on intensity of colouring of aqueous solution: the iron (II) - 1,10 o - phenantroline. This complex composition is formed in acid medium (optimal value pH = 4 - 5). Titanium (IV) and vanadium (IV) do not prevent from definition of iron because in the region of measurement of a light absorption of iron complex these ions in solution do not absorb the light and don't formed the compounds with the nearest absorption.

The titanium (IV) interacts in acid solutions with diantipyrylmethane formed the yellow compound with a maximum of absorption band at $\lambda_{max} = 380 - 390$ nm. Tartrates and citrates do not prevents; but iron (III) and vanadium (V) are prevented. Their influence mask off by adding the reducing solutions - ascorbic acid or hydrocylammonium chloride.

The solution of vanadium (IV) absorbs light in area with a maximum of absorption band at $\lambda_{max} = 760$ nm; a molar absorption coefficient of a light ≈ 20 [3]. Vanadium (IV) was received by reduction of vanadium (V) tartaric acid and sulfite.

Concomitants to vanadium (IV) a titanium (IV) and iron (II) do not absorb the light in this area of a spectrum and consequently do not prevents the definition. However, at the considerable contents of iron (III), vanadium (V) and vanadium (IV) interact significantly that affect on absorption spectrum of vanadium (IV). The influence depends on concentration of components. In this connection the next techniques was used: at the beginning the analyses on the contents of iron and titanium are carried out and then in are added the solutions of iron (III) and titanium (IV) in quantities calculated by the results of analysis. Optical density was measured on the spectrophotometer in the cuvette with the length of an optical distance $l = 5$ sm. The compared solution was prepared simultaneously with analyzed solution.

Conclusions

The technique of analysis of iron - titanium - vanadium alloys are proposed permitting to carry out their full elemental analysis from one sample. The method of a differential spectrophotometry provides the obtaining of the results with relative standard deviation $S_r \leq 0,01$.

References

1. Verbetsky V.N., Mitrokhin S.V., Semenenko K.N. Zh. Neorg. Khim. 1983. N 28(2). P.471-476
2. Baarkovsky V.F., Gannopol'sky V.I. Differential spectrophotometry analysis. M., Chemistry. 1969. P. 166
3. Harlamov I.P. Spectrophotometry analysis of alloys. M. Metallurgy. 1969. P. 72

АНАЛИЗ ЖЕЛЕЗО-ТИТАН-ВАНАДИЙ СОДЕРЖАЩИХ СПЛАВОВ МЕТОДОМ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ

Иванов А.В., Николаева Т.М.

Институт проблем химической физики РАН, г. Черноголовка,
Московская область, 142432, Россия

Введение

Тройные сплавы, содержащие железо, титан и ванадий, широко используются в водородной энергетике. Показано [1], что характер их взаимодействия с водородом определяется, в первую очередь, составом и структурой фаз, существующих в треугольнике Ti-Fe-V. Так например, в области 40 – 60 ат.% ванадия для составов с содержанием ~ 2 ат.% железа имеется максимум абсорбционной емкости по водороду, превышающий по величине содержание водорода в дигидриде титана. Небольшие добавки железа способствуют дополнительному растворению водорода в гидриде сверхстехиометрического состава. Это свидетельствует о необходимости контроля составов исходных сплавов. Удобным и достаточно точным методом определения содержания значительных количеств элементов является метод дифференциальной спектрофотометрии, обеспечивающий получение результатов с относительным стандартным отклонением $S_r \leq 0,01$ [2]. Непосредственным поводом для разработки этого метода послужили трудности, связанные с точным замером оптической плотности растворов с большим поглощением. Сущность метода заключается в том, что оптическую плотность растворов сравнивают с оптической плотностью эталонного раствора, содержащего известное количество определяемого компонента в той же аналитической форме, что и в исследуемом растворе. При этом определяется так называемое относительное поглощение, величина которого может быть вычислена из математического выражения закона Бугера-Бера.

Целью настоящей работы является разработка методики полного элементного анализа тройных сплавов Ti-Fe-V методом дифференциальной спектрофотометрии.

Результаты и обсуждение

Навеску сплава весом 0,2 – 0,5 г в виде стружки растворяли при нагревании в смеси кислот, состоящей из 10 мл HCl (1:1), 5 мл HNO₃ (1:1) и 10 мл H₂SO₄ (1:1). Анализ выполняли на спектрофотометре типа СФ-4А в стеклянных кюветках с разной длиной оптического пути.

Содержание железа в сплавах определяли по интенсивности окраски водного раствора: железо (II) – 1,10 о-фенантролин. Это внутрикомплексное соединение образуется в кислой среде (оптимальное значение рН = 4÷5). Титан (IV) и ванадий (IV) не мешают определению железа, так как в области измерения светопоглощения комплекса железа

эти ионы в растворе не поглощают свет и не образуют соединений с близким поглощением.

Титан (IV) взаимодействует в кислых растворах с диантипирилметаном, образуя соединение желтого цвета с максимумом полосы поглощения при $\lambda_{\max} = 380 - 390$ нм. Не мешают тартраты, цитраты; мешают железо (III) и ванадий (V). Их влияние маскируют добавлением растворов – восстановителей: аскорбиновой кислоты или хлорида гидроксиламмония.

Раствор ванадия (IV) поглощает свет в области с максимумом полосы поглощения при $\lambda_{\max} = 760$ нм, молярный коэффициент поглощения света ≈ 20 [3]. Ванадий (IV) получали восстановлением ванадия (V) винной кислотой и сульфитом.

Сопутствующие ванадию (IV) титан (IV) и железо (II) в этой области спектра свет не поглощают и поэтому определению не мешают. Однако, при значительном содержании железа (III) ванадий (V) и ванадий (IV) заметно взаимодействуют между собой, что влияет на спектр абсорбции ванадия (IV). Степень влияния зависит от концентрации компонентов. В связи с этим была использована такая методика анализа: в начале выполняют анализы на содержание железа и титана; затем в раствор сравнения вводят растворы железа (III) и титана (IV) в количествах, рассчитанных по результатам анализа. Оптическую плотность измеряли на спектрофотометре в кювете с длиной оптического пути $l = 5$ см. Раствор сравнения готовили одновременно с анализируемым раствором.

Выводы

Предложена методика анализа тройных сплавов с высоким содержанием железа, титана и ванадия, позволяющая проводить их полный элементный анализ из одной навески. Использование при определении метода дифференциальной спектрофотометрии обеспечивает получение результатов с относительным стандартным отклонением $S_r \leq 0,01$.

Литература

1. Вербецкий В.Н., Митрохин С.В., Семенов К.Н. Журн. неорганической химии. 1983. № 28(2). С.471-476
2. Барковский В.Ф., Ганнопольский В.И. Дифференциальный спектрофотометрический анализ. М., Химия, 1969. С. 166
3. Харламов И.П. Спектрофотометрический анализ сплавов. М. Металлургия. 1969. С. 72.