Записки Ленинградского ордена Ленина и ордена Трудового Красного Знамени горного института им. Г. В. Плеханова т. LI, вып. 3, 1970 г.

О ВОЗМОЖНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАРБОНИЛА ЖЕЛЕЗА В КАРБОНИЛЕ НИКЕЛЯ ОПТИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Г. Р. Федорова, А. А. Дементьев

При получении порошкообразного никеля карбонильным методом на промежуточной стадии необходимо вести контроль за степенью очистки карбонила никеля от карбонила железа. В настоящее время содержание карбонила железа определяется химическим анализом, продолжающимся 6—8 *ч*. Предлагается более быстрый метод контроля содержания карбонила железа в продукте — оптический, который может быть положен в основу автоматического анализатора.

Значения показателей преломления для карбонилов никеля и железа, полученные различными авторами [1—4], имели расхождения и определялись только для некоторых температур. Нами уточнены значения показателей преломления. В качестве проб для измерений использовались ректификаты карбонилов. Проводилась осушка образца и дополнительная дистилляция для карбонила никеля. Значения показателей преломления карбонилов никеля n_{Ni} и железа n_{Fe} для двух длин волн, полученные в результате наших измерений, приведены в таблице.

Если в производственном ректификате единственной примесью является карбонил железа, то естественно предположить, что изменение показателя преломления карбонила никеля зависит от содержания в нем карбонила железа. При малом содержании примесей показатель преломления ректификата зависит линейно от концентрации примесей

$$n_{\text{ректр}} = n_{Ni} + C_{Fe}(n_{Fe} - n_{Ni}),$$

где C_{Fe} — концентрация карбонила железа в карбониле никеля.

Зависимость показателя преломления карбонилов от температуры

t, °C	n_{Fe}		t, °C	n_{Ni}	
	$\lambda = 546{,}8$ *нм*	$\lambda = 589{,}3$ *нм*		$\lambda = 546{,}8$ *нм*	$\lambda = 589{,}3$ *нм*
13,09	1,5263	—	12,43	1,4634	—
13,20	1,5291	—	12,65	1,4633	—
13,23	1,5263	—	12,86	1,4631	—
13,37	1,5290	1,5195	13,68	1,4627	—
13,40	1,5263	—	13,90	1,4623	—
13,42	1,5288	—	13,93	1,4619	—
13,47	1,5264	—	14,33	1,4621	—
13,51	—	1,5195	14,40	—	1,4553
13,52	1,5289	—	14,45	—	1,4553
13,60	—	1,5191	14,58	1,4596	—
13,67	—	1,5216	14,90	1,4617	1,4546
13,85	—	1,5215	15,08	—	1,4544
13,96	—	1,5215	15,13	—	1,4544
14,04	—	1,5221	15,17	1,4616	—
15,00	—	1,5203	15,20	—	1,4543
15,05	—	1,5207	15,30	1,4615	1,4494
15,10	—	1,5207	15,36	—	1,4492
			15,40	—	1,4494
			15,43	1,4608	1,4494
			15,74	—	1,4491
			15,92	1,4604	—
			15,95	—	1,4489
			16,04	—	1,4489

Таким образом, зная n_{Fe} и n_{Ni} и измерив $n_{рект}$, можно определить содержание карбонила железа в карбониле никеля. При использовании наиболее чувствительного рефрактометра интерференционного типа (ИТР-1) для измерения показателей преломления можно определять минимальное смещение интерференционных полос, равное 0,1 полосы, что соответствует оптической разности хода $0{,}05\lambda$ (λ — длина волны).

Оптическая разность хода определяется произведением $l\Delta n$, где $\Delta n = C_{Fe}(n_{Fe} - n_{Ni})$; l — длина кюветы, *см*.

Воспользуемся полученными значениями показателей преломления карбонилов и определим из них Δn:

Для $\lambda = 546{,}8$ *нм* $n_{Fe} = 1{,}5289$ при $t = 13{,}52$ °C; $n_{Ni} = 1{,}4627$ при $t = 13{,}68$ °C; $\Delta n = 0{,}0662$.

Для $\lambda = 589{,}3$ *нм* $n_{Fe} = 1{,}5208$ при $t = 15{,}10\,^{\circ}C$; $n_{Ni} = 1{,}4544$ при $t = 15{,}08\,^{\circ}C$; $\Delta n = 0{,}0664$.

На основании полученных данных можно оценить, какая длина кюветы позволит определить допустимое содержание карбонила железа в карбониле никеля ($10^{-3}\%$), что соответствует примерному содержанию карбонила железа на выходе из ректификационной колонны в промышленных условиях.

Исходя из чувствительности прибора,

$$l\Delta n = 0{,}05\,\lambda,$$

откуда

$$l = \frac{0{,}05\lambda}{\Delta n}.$$

Для $\lambda = 546{,}8$ *нм*

$$l = \frac{5 \cdot 10^{-2} \cdot 5{,}468 \cdot 10^{-5}}{10^{-5} \cdot 6{,}62 \cdot 10^{-2}} = 4{,}1 \text{ см}.$$

Для $\lambda = 589{,}3$ *нм*

$$l = \frac{5 \cdot 10^{-2} \cdot 5{,}893 \cdot 10^{-5}}{10^{-5} \cdot 6{,}64 \cdot 10^{-2}} = 4{,}4 \text{ см}.$$

Таким образом, при использовании чувствительного интерферометра две кюветы — одна с эталоном, а другая с промышленным образцом длиной порядка 5 *см* каждая — позволят определить допустимое содержание карбонила железа в карбониле никеля.

ЛИТЕРАТУРА

1. Dewar J., Jones H. O. Proc. Roy. Soc., v. 76, 1905.
2. Glandstone J. H. Phil. Mag., v. 35, 1893.
3. Mond L., Nasini R. Z. Phys. Chem., Bd 8, 1891.
4. Verhaeghe J. Bull. Acad. Belge, v. 18, 1932.