

К 12.302

1973.7

К47

Заводская
ЛАБОРАТОРИЯ

7

1973

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Главный редактор *М. В. ПРИДАНЦЕВ*

И. П. АЛИМАРИН, А. М. БОРЗДЫКА, А. И. БУСЕВ, Н. В. БУЯНОВ, Б. В. ГНЕДЕНКО, П. Л. ГРУЗИН, А. А. ЖУХОВИЦКИЙ, Ю. А. ЗОЛОТОВ, В. П. КОГАЕВ, И. И. КОРНИЛОВ, А. П. КРЕШКОВ, И. В. КУДРЯВЦЕВ, Г. М. КУЗНЕЦОВ, Н. Ф. ЛАШКО, В. В. НАЛИМОВ, А. Р. СТРИГАНОВ, Л. Т. ТИМОШУК, Г. А. ТЯГУНОВ (зам. главного редактора), *Ф. М. ШЕМЯКИН, П. Я. ЯКОВЛЕВ*

СОСТАВЫ СЕКЦИИ РЕДАКЦИОННОЙ КОЛЛЕГИИ:

Методы химического анализа — проф. докт. хим. наук *П. Я. Яковлев* (председатель), докт. хим. наук *П. К. Агасян*, акад. *И. П. Алимарин*, канд. хим. наук *Н. И. Басаргин*, докт. хим. наук *В. Г. Березкин*, проф. докт. хим. наук *А. И. Бусев*, канд. хим. наук *Ю. М. Дедков*, докт. хим. наук *С. В. Елчисон*, член-корр. АН СССР *Ю. А. Золотов*, *Н. А. Канаев*, канд. хим. наук *Б. Я. Карлан*, проф. докт. хим. наук *А. П. Крешков*, канд. хим. наук *А. Ф. Кутейников*, канд. хим. наук *А. И. Лазарев*, докт. хим. наук *В. Г. Сочеванов*, канд. хим. наук *Е. А. Терентьева*, проф. докт. хим. наук *И. П. Харламов*, *А. А. Черкасский*, проф. докт. хим. наук *Ф. М. Шемякин*, канд. хим. наук *А. Ф. Шляхов*.

Научный редактор отдела *И. М. Ориент*

Методы спектрального анализа — проф. докт. физ.-мат. наук *А. Р. Стриганов* (председатель), канд. физ.-мат. наук *А. И. Акимов*, докт. хим. наук *Р. Л. Баринский*, канд. техн. наук *М. Э. Брицке*, канд. техн. наук *Н. В. Буянов*, канд. хим. наук *А. Ф. Васильев*, канд. физ.-мат. наук *Н. П. Ильин*, канд. физ.-мат. наук *Ю. И. Коровин*, докт. физ.-мат. наук *Л. В. Левшин*, *А. Н. Любимов*, канд. техн. наук *Н. А. Макудов*, канд. физ.-мат. наук *К. И. Нарбутт*, докт. техн. наук *В. В. Недлер*, канд. техн. наук *С. А. Скотников*, канд. физ.-мат. наук *Х. Е. Стерин*, канд. хим. наук *В. М. Чибрикин*.

Научный редактор отдела *Г. Б. Преображенская*

Физические методы исследования — проф. докт. хим. наук *А. А. Жуховицкий* (председатель), проф. докт. техн. наук *М. Е. Блантер*, проф. докт. хим. наук *В. М. Глазов*, *Я. М. Головчинер*, проф. докт. физ.-мат. наук *П. Л. Грузин*, докт. техн. наук *И. Н. Ермолов*, канд. техн. наук *И. И. Кифер*, проф. докт. техн. наук *И. И. Корнилов*, канд. техн. наук *Г. М. Кузнецов*, канд. хим. наук *Н. Ф. Лашко*, канд. техн. наук *И. А. Левин*, докт. техн. наук *А. Г. Рахштадт*, докт. хим. наук *Р. Н. Рубинштейн*, докт. техн. наук *Ю. А. Скаков*, докт. техн. наук *Л. М. Утевский*, проф. докт. физ.-мат. наук *В. И. Фистуль*, докт. техн. наук *Г. И. Фуке*, докт. техн. наук *Д. С. Шрайбер*.

Научный редактор отдела *Б. С. Фаерман*

Математические методы исследования — акад. АН УССР *Б. В. Гнеденко* (председатель), канд. физ.-мат. наук *С. А. Айвазян*, канд. физ.-мат. наук *Ю. Н. Благовещенский*, канд. техн. наук *В. Э. Бродский*, канд. техн. наук *В. Г. Горский*, канд. физ.-мат. наук *Р. С. Гутер*, канд. физ.-мат. наук *Л. Д. Мешалкин*, проф. докт. техн. наук *В. В. Налимов*, докт. техн. наук *С. М. Райский*.

Научный редактор отдела *Г. Б. Преображенская*

Механические методы испытаний — проф. докт. техн. наук *И. В. Кудрявцев* (председатель), канд. техн. наук *О. Л. Бендрышев*, докт. техн. наук *А. М. Борздыка*, канд. техн. наук *В. К. Григорович*, канд. техн. наук *Т. К. Зилова*, докт. техн. наук *В. П. Когаев*, канд. техн. наук *Б. И. Панишин*, канд. техн. наук *С. М. Перлин*, проф. докт. техн. наук *Н. И. Пригоровский*, канд. техн. наук *Л. Т. Тимошук*, докт. техн. наук *Р. М. Шнейдерович*, канд. техн. наук *Д. М. Шур*.

Научный редактор отдела *М. Я. Зальцман*

Заводская ЛАБОРАТОРИЯ

7

1973

Том XXXIX

Журнал по аналитической химии, физическим, математическим
и механическим методам исследования материалов

ОРГАН МИНИСТЕРСТВА ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ СССР
И ЦЕНТРАЛЬНОГО ПРАВЛЕНИЯ НТО ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

ИЗДАЕТСЯ С 1932 г. ИЗДАТЕЛЬСТВО «МЕТАЛЛУРГИЯ», МОСКВА

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

УДК 546.882:543.432.062

Л. И. ГЕРХАРДТ, Л. А. ОХАНОВА, С. Б. САВВИН, В. Ф. ВАГАН

ИССЛЕДОВАНИЕ УСЛОВИЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ С СУЛЬФОНИТРОФЕНОЛОМ М В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ

(Всесоюзный институт минерального сырья)

В аналитической химии ниобия одной из практических важных задач является определение его в сложных по составу природных объектах. Возможность вести анализ в сернокислой среде позволяет из той же навески определять и тантал. Последний экстрагируют из сернокислых растворов в отсутствие второго комплексообразователя (оксалата или тартрата) в виде окрашенного ионного ассоциата TaF_7^{2-} с родамином 6Ж [1].

В настоящей работе проверены некоторые 0,0'-диоксиазокрасители, предложенные для определения ниобия в 0,5—2,0-н. HCl — сульфохлорфенол С [2] и сульфонитрофенол М [3].

Эти реагенты (2,7-бисазозамещенные хромотроповой кислоты) дают с ниобием в 1-н. HCl высокочувствительные цветные реакции. В литературе описаны прямые методы определения ниобия с сульфохлорфено-

Подъемный механизм 10 с электрическим приводом 11 обеспечивает быстрый подъем печей на нужный уровень, точность остановки на котором обеспечивают конечные выключатели. Задавая разными температурами по высоте печей и меняя скорость их подъема, можно моделировать температурный режим любой металлургической печи и получать надежные экспериментальные данные даже в тех случаях, когда имеет место испарение летучих окислов элементов, входящих в состав покрытия

В. С. КАСЬКОВ, А. И. ВАЩЕНКО
(Московский вечерний металлургический институт)

ЛАБОРАТОРНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ ВЫСОКОСКОРОСТНОГО НАГРЕВА В ЗАЩИТНОЙ СРЕДЕ

Для проведения процессов термообработки в защитной среде разработана конструкция индукционной лабораторной установки, схема которой показана на рисунке.

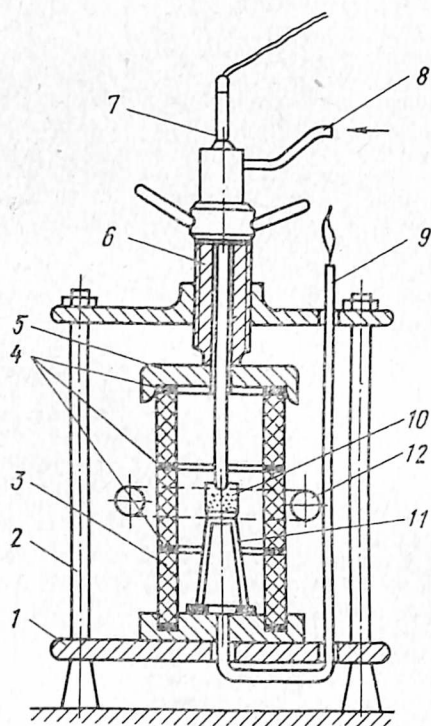


Схема установки

Корпус состоит из двух дисков 1 и четырех стяжек 2. Муфель печи представляет собой набор графитовых колец 3 с наружным диам. 150 мм, изолированных друг от друга теплоизоляционными прокладками 4 из листового асбеста толщиной 5 мм. Герметизация муфеля осуществляется сжатием колец и прокладок крышкой 5 при помощи винта 6. Термопара 7 вводится в муфель через винт и крышку и помещается в герметичный молибденовый чехол. Защитный газ подается сверху

муфеля через штуцер 8, а отводится вниз через трубку 9. Изделие или тигель 10 с образцами располагают на теплоизоляционной подставке 11. Стяжки изготавливают из жаропрочной стали и обматывают шнуровым асбестом. Толщина слоя асбестовой обмотки не менее 10 мм.

Печь устанавливают на столе непосредственно возле аппарата ТВЧ, индуктор 12 располагают на высоте нагреваемых изделий. Зазор между муфелем и индуктором должен быть не более 5—7 мм на сторону.

Токами высокой частоты разогревается только среднее кольцо муфеля, а нижнее и верхнее кольца и диски нагреваются лишь за счет конвекции защитного газа и теплопроводности асбестовых прокладок. Поэтому при нагреве изделия до 1500° С в течение 2—3 ч верхнее и нижнее кольца нагреваются не более чем до 200—400° С, а диски до 50—80° С. При цельном муфеле температура дисков повышается до 400—600° С, что значительно затрудняет эксплуатацию печи. Если муфель состоит из 5 и более колец, то ухудшается его герметичность. В связи с этим наиболее целесообразно изготавливать муфель из 3 колец. Высота среднего кольца должна соответствовать высоте изделия, а высота верхнего и нижнего колец 70—100 мм.

Отсутствие холодильников обеспечивает выход на максимальную температуру 2000° С со скоростью 300° С/мин. Температура автоматически контролируется электронным потенциометром ЭПД-12. При необходимости форсировать процесс охлаждения муфель снаружи обдувается воздухом.

Установка проста и надежна в эксплуатации.

Н. В. ЦЫПИН, Э. С. СИМКИН
(Институт сверхтвердых материалов, Киев)

ЭЛЕКТРОННЫЙ ПРИБОР ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ДЗЕТА-ПОТЕНЦИАЛОВ КОЛЛОИДНЫХ ЧАСТИЦ

Расчет ξ -потенциала подвижной границы коллоидов и суспензий по данным электрофоретического метода производится по формуле Гельмгольца — Смолуховского¹

$$\xi = \frac{k\eta ls}{\epsilon U t} \cdot 300^2 = \frac{A}{t} \quad (1)$$

где k — постоянная, зависящая от формы частиц; η — коэффициент вязкости жидкости; l — расстояние между концами агаровых сифонов; s — путь, пройденный границей золя за время t ; ϵ — диэлектрическая проницаемость жидкости; U — напряжение между концами сифонов;

$A = \frac{k\eta ls}{\epsilon U} \cdot 300^2$ — постоянная при данных условиях опыта.

Процедура определения ξ -потенциала сводится лишь к измерению времени t , необ-

¹ Кройт Г. Р. Наука о коллоидах. Т. 1, М., ИЛ, № 1955, 546 с. с ил.

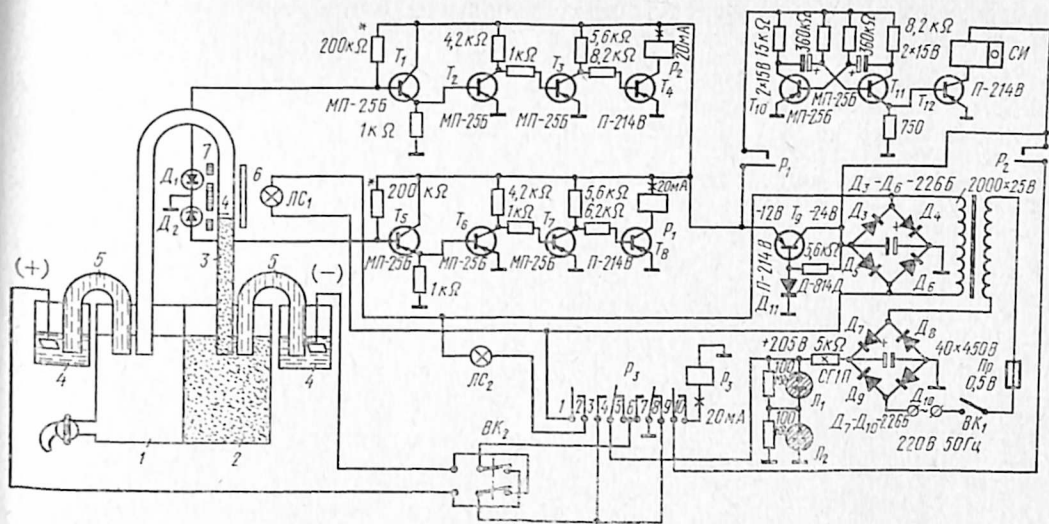


Схема электрофоретической ячейки с электронной приставкой

кодимого для прохождения границы золя пути s (обычно 1 см) под действием электрического поля. Эту операцию выполняют визуально, фиксируя время прохождения границы между двумя метками². Такой способ утомителен и дает невысокую точность.

В данном приборе время t измеряется автоматически при помощи электронной приставки на фотодиодах и счетчика времени. Схема прибора показана на рисунке.

Сосуды 1 и 2 заполняют соответственно исследуемой суспензией и боковой жидкостью (фильтратом суспензии), куда опускают U-образную трубку 3, предварительно заполненную боковой жидкостью. Крайнем сосуда 2 медленно выпускают боковую жидкость и доводят границу суспензии до контрольной метки 4. Закрывают кран и тумблером $ВК_1$ включают электронную приставку. При этом постоянное стабилизированное напряжение поступает на трубку 3 через обратные электроды 4—4 и агаровые сифоны 5—5. Тумблер $ВК_2$ служит для выбора начальной полярности на электродах.

Под действием электрического поля граница поднимается по трубке 3, перекрывая на пути свет от лампочки $ЛС_1$ к фотодиодам D_2 и D_1 (6 — матовый экран, 7 — экран со щелями).

При открытии щели фотодиода D_2 открывается транзистор T_5 , сигнал усиливается транзисторами T_6 , T_7 и T_8 и включает реле P_1 , которое подает напряжение на счетчик времени СИ с мультивибратором (T_{10} , T_{11}), посылающим периодические импульсы с интервалом 1 с на базу T_{12} . Аналогично срабатывает фотодиод D_1 , когда граница перекрывает верхнюю щель. При этом включается реле P_2

и подает напряжение на реле P_3 . Последнее самоблокируется контактами 9, 10 и меняет полярность на обратных электродах (на пульте прибора включается сигнальная лампочка $ЛС_2$).

Граница начинает опускаться вниз, открывает фотодиод D_2 , реле P_1 отключается и останавливает счетчик времени. Для вычисления ξ -потенциала время t , измеренное счетчиком, подставляют в формулу (1).

Применение в схеме переменности исключает влияние силы тяжести на скорость перемещения границы. Данный прибор также увеличивает точность измерения до 1%, вместо 5% и более по обычной методике.

Прибор надежно работает при концентрациях > 300 мг/л (для непрозрачных частиц).

А. Д. СОРОКИН, А. С. ГОРЮНОВ,
И. Т. ГОРБАЧУК
(Киевский педагогический институт им. Горького, Днепропетровский горный институт им. Артема)

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ НЕФЕЛОМЕТРА КОЛ-90 В КАЧЕСТВЕ ОПТИЧЕСКОГО ДАТЧИКА ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СЧЕТЧИКА АЭРОЗОЛЬНЫХ ЧАСТИЦ

Разработанный ранее фотоэлектрический счетчик аэрозольных частиц позволяет автоматически измерять¹ счетные концентрации в диапазоне от 10 до 10^6 см⁻³. При измерении малых концентраций от 10^2 до 10 см⁻³ время одного измерения растет, а точность падает. Так, при концентрациях $> 10^3$ см⁻³ время одного измерения < 1 мин, а точность не ниже 3%. Если же приходится измерять концентрации порядка 10 см⁻³, то единичное

² Путилова И. Н. Руководство к практическим занятиям по коллоидной химии. М., «Высшая школа», 1961, 478 с. с ил.

¹ Аксенов В. Н., Куценогий К. П. — ЖФХ, 1969, т. XIII, № 8, с. 2153.