

СОВМЕСТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА И ЖЕЛЕЗА В КОРУНДЕ

А. В. ВОЗНЯК, В. В. КОЯИН

(Представлена научным семинаром кафедры общей химической технологии)

Получаемые в настоящее время зерновые продукты хромистого электрокорунда (ЭХ) содержат примеси металлических хрома и железа, карбидов и другие загрязнения, содержание которых колеблется от 3,2 до 11%. Наиболее загрязненным является шлифзерно № 16, содержащее лишь 39% зерен ЭХ и 11% примесей.

Одним из путей возможного повышения качества ЭХ является химическое обогащение его путем действия минеральной кислотой. При такой обработке происходит отделение всех примесей, способных растворяться в кислотах. В качестве реагента была взята соляная кислота.

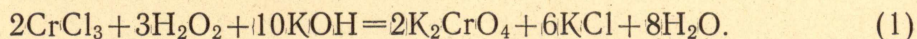
С целью выявления оптимальных условий обогащения была использована кислота различной концентрации: 1, 3, 5, 10, 15, 20, 25%, а продолжительность обработки — 5, 10, 20, 25, 30 минут.

Методика химического обогащения проста и заключается в следующем: навеску ЭХ в количестве 10 г обрабатывают 50 мл соляной кислоты при кипячении в колбе с обратным холодильником.

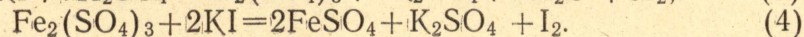
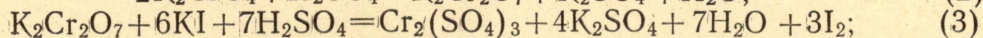
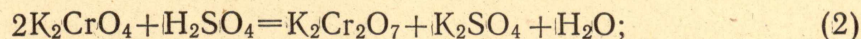
После окончания кислотной обработки содержимое разделяют фильтрованием на обогащенный корунд и кислотную вытяжку. Обогащенный продукт подвергают микроаналитическому анализу, а в фильтрате определяют совместное содержание хрома и железа иодометрическим способом [1]. При этом совместное содержание ионов хрома и железа косвенно определяется по количеству тиосульфата натрия, пошедшего на титрование выделившегося иода.

Ход определения состоит в следующем: 10 мл анализируемого раствора кислотной вытяжки нейтрализуют 15% раствором едкого калия до щелочной реакции, добавляют 10% раствор перекиси водорода до изменения цвета раствора от зеленого до желтого и кипятят в течение 10 минут для разложения избытка перекиси.

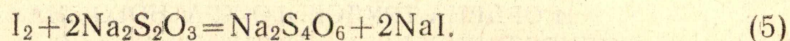
В результате такой обработки происходит окисление трехвалентного хрома до шестивалентного по реакции:



Затем раствор охлаждают, нейтрализуют серной кислотой (1:3) и добавляют еще 1 мл избытка кислоты. К обработанному таким образом раствору прибавляют 10 мл 12% раствора йодистого калия



Выделившийся по реакциям свободный йод оттитровывают 0,1 н. раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала



Данные совместного определения хрома и железа приведены в таблице. Из таблицы видно, что наилучшие результаты обогащения ЭХ получаются при обработке его 10%-ной соляной кислотой в течение 20 минут.

Если необходимо раздельное определение содержания хрома и железа в кислотных вытяжках, то следует предварительно удалить ионы Fe из анализируемого раствора, что может быть достигнуто экстракцией их эфиром или осаждением купфером [2].

Таблица

Количество гипосульфита натрия, пошедшее на титрование раствора в зависимости от концентрации соляной кислоты и продолжительности обогащения

Время (мин).	% соляной кислоты						
	1	3	5	10	15	20	25
5	0,0245	0,0300	0,0332	0,0411	0,0411	0,0411	0,0403
10	0,0316	0,0443	0,0475	0,0555	0,0522	0,0490	0,0190
15	0,0300	0,0395	0,0475	0,0617	0,0617	0,0610	0,0617
20	0,0300	0,0490	0,0507	0,0562	0,0602	0,0602	0,0617
25	0,0316	0,0475	0,5550	0,0555	0,0602	0,0602	0,0602
30	0,0364	0,0545	0,0570	0,0570	0,0670	0,0602	0,0602

Полученные результаты по совместному определению хрома и железа были также подтверждены микроаналитическим анализом, который показал, что при кислотной обработке содержание примесей в ЭХ уменьшается от 11 до 3,5%.

На основании вышеизложенного могут быть сделаны следующие заключения:

1. Обработка зерновых продуктов ЭХ соляной кислотой позволяет существенно повысить качество получаемых абразивных материалов.

2. Наилучшие результаты при обогащении ЭХ соляной кислотой получаются в случае использования 10%-ной кислоты и продолжительности обработки 20 минут.

ЛИТЕРАТУРА

1. Г. Н. Бабачев. Химия и индустрия. Болгария, 4, 36, 145—149, 1964.
2. Г. Шарло. Методы аналитической химии. М.—Л., «Химия», 1966.