

T_1 и T_2 соответственно и приводили к 1 см³ объема, поскольку в период перехода от одной температуры к другой происходило некоторое изменение объема. T_1 и T_2 - абсолютные температуры, °К. Энергия активации спекания корунда с 0,05 вес. % добавки окислов цинка, хрома и магния оказалась равной:
для интервала температур 1573 - 1623°К - 331 ккал/моль;
для интервала температур 1773 - 1823°К - 559 ккал/моль.

Выводы

1. Для реализации динамического метода создана специальная высокотемпературная дилатометрическая установка (СВДУ). С помощью СВДУ прослежена динамика скорости спекания и установлено, что выбранная композиция окислов ускоряет процесс уплотнения порошка электрокорунда при обжиге; оптимальное время выдержки превышает 2 часа.

2. Рассчитана энергия активации спекания корундового образца с 0,05 % цинка, хрома и магния, которая при 1573 - 1623°К составляет 331 ккал/моль. При температурах 1773-1823°К энергия активации достигает 559 ккал/моль.

3. Предельная скорость усадки образцов с малыми добавками магния, цинка и хрома наблюдается при концентрации 0,075 вес. %. Отклонение их содержания в обе стороны от оптимальной концентрации на 0,025 % значительно снижает скорость уплотнения порошка корунда при обжиге.

Литература

1. Ж.Л.Вулфрей, М.Ж.Баннистер. Методы неизотермического исследования начальной стадии спекания. Стекло, керамика и огнеупоры, Экспресс-информация, 1973, № 7.
2. В.А.Ивенсен. Кинетика уплотнения металлических порошков при спекании, М., Металлургиздат, 1971.
3. Э.В.Дегтярева, И.С.Кайнарский. ДАН СССР, 156, 4, 937, 1964.

СОВМЕСТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА И ЖЕЛЕЗА В КОРУНДЕ

А.В.Возняк, В.В.Кояин

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 ЭЖ и 11 % примесей.

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

С целью выявления оптимальных условий обогащения использована кислота различной концентрации: 1, 3, 5, 10, 15, 20, 25 %; продолжительность обработки - 5, 10, 20, 25, 30 мин.

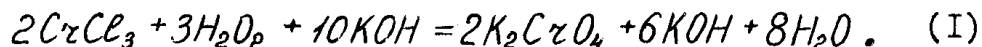
Методика химического обогащения проста и заключается в следующем: навеску ЭЖ в количестве 10 г обрабатывают 50 мл соляной кислоты при кипячении в колбе с обратным холодильником.

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 выделенного иода.

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

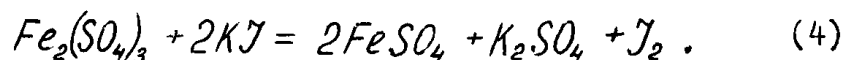
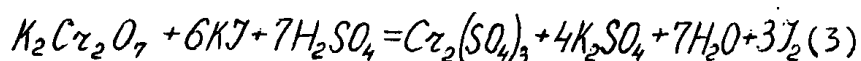
В результате такой обработки происходит окисление трехвалентного хрома до шестивалентного по реакции



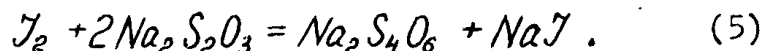
Затем раствор охлаждают, нейтрализуют серной кислотой (1:3) и добавляют еще 1 мл избытка серной кислоты.

К обработанному таким способом раствору прибавляют 10 мл 12%-ного раствора иодистого калия.





Выделившийся по реакции свободный иод оттитровывают 0,1 н раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала



Данные совместного определения хрома и железа приведены в таблице.

Из таблицы следует, что лучшие результаты обогащения ЭЖ получаются при обработке его 10%-ной соляной кислотой в течение 20 мин.

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 осаждение купфером / 2 /.

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

Выводы

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

2. Наилучшие результаты при обогащении ЭЖ соляной кислотой получаются при использовании 10%-ной кислоты и продолжительности обработки 20 мин.

Литература

1. Г.Н.Бабачев. Химия и индустрия (Болг.), 4, 36, 145-149, 1964.
2. Г.Шарло. Методы аналитической химии. М.-Л., "Химия", 1966.

Таблица 1.

Количество гипосульфита натрия ($Na_2S_2O_3$),
пошедшее на титрование раствора в зависимости
от концентрации HCl и продолжительности обогащения

Время, мин	С, % HCl						
	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	0,0522	0,0190
15	0,0300	0,0395	0,0475	0,0617	0,0617	0,0610	0,0617
20	0,0300	0,0490	0,0490	0,0562	0,0602	0,0602	0,0617
25	0,0316	0,0475	0,0475	0,0555	0,0602	0,0602	0,0602
30	0,0364	0,0545	0,0545	0,0570	0,0670	0,0602	0,0602