

OBTAINMENT OF MOULDED MIXTURE ON THE BASIS OF CALCIUM SULFATE SEMIHYDRATE OF α -MODIFICATION IN THE PRESENCE OF BREAKED AND FOAMED PERLITE AND CITRIC ACID

L. H. GJULAMIRIAN

Moulded mixture of semihydrate gypsum obtained in the presence of broken and foamed perlite (its fulfilled weight is 180 kg/m^3) and citric acid has been studied.

It has been established that when broken and foamed perlite and citric acid are used as additions the moulded mixture of gypsum acquires required properties.

It has been shown that moulding has a regulatory influence on linking time, on increasing in adsorbed water amount, on shortening of drying time, as well as on decreasing of energy consumption.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Жуков А. В.—Материалы и изделия на основе вспученного перлита. М., 1972, с. 86.
2. Гипсовые вяжущие—ГОСТ 125-79.
3. Воробьев В. А.—Лабораторный практикум по общему курсу строительных материалов. М., Высшая школа, 1964, с. 11.
4. Бутт Ю. М., Тимашев В. В.—Практикум по химической технологии вяжущих материалов. М., Высшая школа, 1973, с. 224.
5. Григорян Г. О., Багинова Л. Г., Кристостурян Б. Е.—Арм. хим. ж., 1990, т. 43, № 3, с. 165.

Химический журнал Армении, т. 46, № 1-2, стр. 28-31 (1993 г.)

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 543.432—546.723

ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА НИЛЬСКИМ СИНИМ «А» В СИЛИКАТАХ И НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВАХ

Ж. М. АРСТАМЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 23 VII 1991

Изучено взаимодействие железа (III) с основным красителем оксазинового ряда нильским синим «А». Установлены оптимальные условия образования и экстракции ионного ассоциата хлорферрата нильского синего: кислотность водной фазы, концентрация красителя, подчиняемость закону Бера и т. д. В качестве экстрагента применяется дихлорэтан.

Разработанная методика применена для определения железа в каолине и никелевых сплавах.

Рис. 2, табл. 1, библиографические ссылки 7.

Для определения микрограммовых количеств железа ранее нами были применены красители трифенилметанового [1, 2], тиазинового [3], родаминового [4] и диазинового [5] рядов.

Настоящая работа посвящена изучению возможности применения красителя оксазинового ряда—нильского синего «А» (НСА).

Экспериментальная часть

Стандартный раствор железа (III) готовили растворением навески препарата $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в 6М HCl . Титр раствора устанавливали меркуроредуктометрически [6]. Раствор красителя готовили растворением в воде навески препарата марки «индикатор ч.д.а.». Оптическую плотность (ОП) экстрактов измеряли на спектрофотометре «СФ-16».

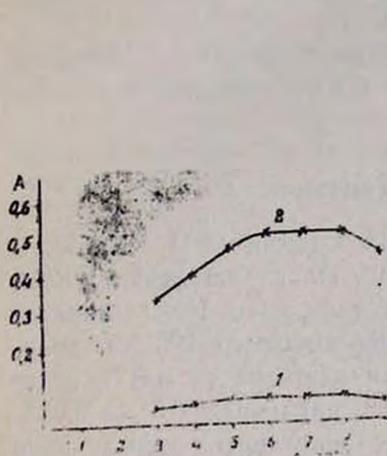


Рис. 1. Зависимость оптической плотности экстрактов хлорферрата НСА от кислотности водной фазы: 1—, хол.; 2—IIA; $[\text{Fe}(\text{III})] = 3,57 \cdot 10^{-5}$ М; $\lambda = 6,0$ н.м.

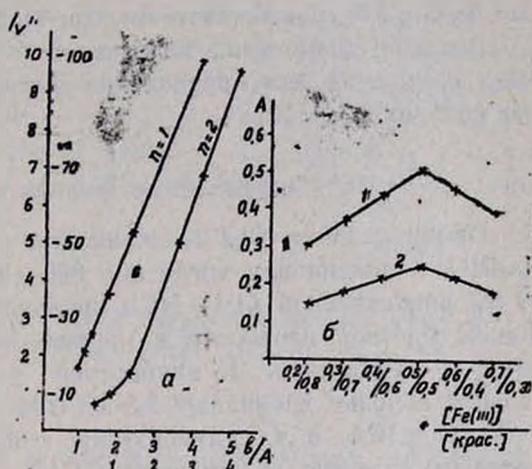


Рис. 2. Определение мольно о отношения хлорферрата железа (III) и катиона красителя в ионном ассоциате: а — методом прямой линии Асмуса; б — методом изомольных серий. Общая мольная концентрация: 1 — $6,02 \cdot 10^{-4}$ М; 2 — $3,01 \cdot 10^{-4}$ М.

Для определения оптимальных условий экстракции железа (III) была изучена зависимость ОП экстрактов от основных факторов. Так, установлено, что НСА с хлоридным анионным комплексом железа (III) образует ионный ассоциат, который экстрагируется дихлорэтаном. Другие растворители, такие, как бензол, толуол, хлороформ, четыреххлористый углерод, а также сложные эфиры, не экстрагируют ни ионный ассоциат, ни простую соль красителя (ОП=0). Максимум светопоглощения дихлорэтанового экстракта наблюдается при длине волны $\lambda = 645-655$ н.м. Далее измерения проводили при $\lambda = 650$ н.м. Ионный ассоциат хлорферрата с НСА практически полностью извлекается из 6—8 М растворов HCl (рис. 1). Дальнейшие исследования проводили в растворе 7 М HCl . Постоянное и максимальное значения ОП экстрактов ионного ассоциата достигаются при концентрации $9,7 \cdot 10^{-5} - 1,7 \cdot 10^{-4}$ М красителя НСА. Дальнейшее увеличение

концентрации красителя приводит к повышению ОП «холостого опыта» и понижению ОП ионного ассоциата. Экстракционное равновесие создается в течение 1 мин. Методом повторной экстракции был определен фактор извлечения ($R=0,96$). Окрашенный экстракт устойчив в течение 5 ч. Подчиняемость основному закону фотометрии соблюдается в интервале концентрации железа 0,2—5,0 мкг/мл. Среднее значение кажущегося мольного коэффициента светопоглощения $\bar{\epsilon}=84000 \pm 600$. Чувствительность метода, рассчитанная по 3s-критерию, составляет 0,66 мкг Fe/мл. Мольное отношение железа (III) к катиону красителя НСА в ионном ассоциате, определенное методами прямой линии Асмуса (рис. 2, а) и изомолярной серии (рис. 2, б), оказалось равным 1:1.

Определению 2 мкг железа не мешают: $2,4 \cdot 10^5$ -кратные количества Ni, $3,5 \cdot 10^4$ -кратные Ca, Mg; $7,4 \cdot 10^3$ -кратные Ge, Cd; $1,4 \cdot 10^3$ -кратные Al, Zn, Mn, Co. Мешают Au, Ga, Tl, Sn.

Разработанная нами на основании полученных данных методика была применена для определения железа (III) в каолине и никелевых сплавах.

Определение железа в каолине

Пробу каолина (0,2 г) сплавляют с 2,5 г смеси (4:1) KNaCO_3 и $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ в платиновом тигле при 800—1000°. Плав растворяют в 40—50 мл разбавленной (1:1) HCl, приливают 1 мл конц. HNO_3 , кипятят 5 мин. Раствор переносят в мерную колбу емкостью 200 мл, доливают до метки воды. К аликвотной части раствора (1 мл) в делительной воронке добавляют 3,5 мл 8 М HCl, приливают 0,5 мл 0,05% раствора НСА, 5 мл дихлорэтана, после минутного встряхивания разделяют фазы и измеряют ОП экстракта на спектрофотометре «СФ-16» при длине волны $\lambda=650$ нм, $v=0,3$ см (табл.).

Таблица

Определение железа в каолине и никелевых сплавах ($P=0,95$; $n=6$)

Объект	Железо, %		\bar{C}_x , мкг	$Sr \cdot 10^{-2}$	$\pm t_a \cdot \frac{S}{\sqrt{n}}$, мкг
	взято	найдено			
Никелевый сплав	0,3250	0,3230	12,89	2,08	0,27
	0,1910	0,1902	7,61	1,10	0,12
Каолин	1,3141	1,3180	13,18	2,50	0,37

Определение железа в никелевых сплавах [7].

Навеску пробы (0,1 г) помещают в коническую колбу, приливают 5—7 мл царской водки, нагревают на слабом огне до прекращения бурной реакции, затем до полного разложения пробы. Приливают 3—5 мл H_2SO_4 (1:2), выпаривают до прекращения выделения паров SO_3 . Сухой остаток растворяют в 7 М HCl и в мерной колбе емкостью 25 мл, доливают до метки. 7 М HCl. Далее в аликвотной

части раствора (1 мл) определяют железо по вышеописанной методике. Результаты приведены в таблице.

Разработанный нами метод определения железа отличается избирательностью, что позволяет проводить определение железа без его предварительного отделения.

**ԵՐԿԱԹԻ ԷՔՍՐԱԿՑԻՈՆ-ՖՈՏՈՄԵՏՐԻԿ ՈՐՈՇՈՒՄԸ ՆԵՂՈՍՅԱՆ ԿԱՊՈՒՅՑ
«Ա»-ՈՎ ՍԻԼԻԿԱՏՆԵՐՈՒՄ ԵՎ ՆԻԿԵԼԻ ՀԱՄԱՁՈՒՎՎԱԾՔՆԵՐՈՒՄ**

Վ. Մ. ԱՌՍՏԱՄՅԱՆ

Ուսումնասիրված է երկաթի քլորիդային անիոնային կոմպլեքսի փոխազդեցությունը՝ օքսազինային շարքի ներկանյութ՝ նեղոսյան կապույտ «Ա»-ով աղաթթվային միջավայրում: Հաստատված են երկաթի (III) լուծահանման և իոնական ասոցիատի առաջացման օպտիմալ պայմանները՝ ջրային ֆազի թթվությունը, ներկանյութի կոնցենտրացիան, լուսակլանման հիմնական օրենքին ենթարկվելու սահմանները, իոնական ասոցիատի բաղադրությունը և այլն: Լուծիչի դերում կիրառվել է դիքլորէթան: Մշակված մեթոդը կիրառվել է կաոլինում և նիկելի համաձուլվածքներում երկաթն որոշելու համար:

**EXTRACTION-PHOTOMETRIC DETERMINATION OF IRON BY
NILE BLUE „A“ IN SILICATES AND NICKEL ALLOYS**

Zh. M. ARSTAMIAN

The basic dye of oxazine series—Nile Blue „A“ for determination of microgram amounts of Iron (III) has been used.

The optimum conditions of the ionic associate formation and of the extraction of Iron (III) e. g. acidity of aqueous phase, the concentration of the dye, the limits when the principal law of photo absorption is valid, the composition of ionic associate have been determined.

As solvent dichloroethane has been used.

The worked out method has been used for determination of Iron (III) in nickel alloys and kaolin.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Арстамян Ж. М.—Уч. зап. ЕГУ, 1982, № 1, с. 115.
2. Арстамян Ж. М.—Уч. зап. ЕГУ, 1983, № 1, с. 99.
3. Арстамян Ж. М.—Уч. зап. ЕГУ, 1984, № 1, с. 104.
4. Арстамян Ж. М., Манасян Л. М.—Уч. зап. ЕГУ, 1987, № 1, с. 99.
5. Арстамян Ж. М.—Уч. зап. ЕГУ, 1988, № 2, с. 82.
6. Тараян В. М.—Меркуроредуктометрия. Ереван. Изд. ЕГУ, 1980, с. 49.
7. Никитина Е. И.—Ускоренные полумикрохимические методы анализа металлов и сплавов. М., Госхимиздат, 1956, с. 90, 170.