

УДК 666.32:543.422

П.М. Бэчко, Э.И. Зеневич,  
В.И. Пилецкий, Н.Г. Ефимова

### СПЕКТРАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОДВИЖНЫХ ИОНОВ ЖЕЛЕЗА В ГЛИНАХ

Одним из компонентов глинистых пород, оказывающих сильное влияние на процессы термообработки при изготовлении керамических изделий, является железо, которое может находиться в породе в виде различных форм и соединений.

Некоторая часть общего количества железа глин находится в виде подвижных (свободных) окисных и закисных форм. Методы определения последних основаны на извлечении их из породы водой, соевыми растворами или разбавленными растворами минеральных кислот.

Нами для извлечения ионов железа из глин выбран раствор Тамма. Он готовится растворением 31,5 г шаве-

левой кислоты и 62,1 г щавелевокислого аммония в 2500 мл дистиллированной воды. При этом рН раствора составляет 3,2-3,3. Навеска глины в 5 г, растертая и просеянная через сито с диаметром отверстий 1 мм, помещается в стакан, приливается 100 мл реактива Тамма и взбалтывается в течение часа. Суспензия фильтруется через плотный фильтр или центрифугируется [1].

Количественное определение железа в полученном фильтрате любым из химических или калориметрических методов сопряжено с трудностью разрушения оксалатов и требует больших затрат времени. Поэтому предлагаемая методика определения железа основана на спектральных способах.

Прямое определение железа концентраций более 10 мг/л (в пересчете на  $Fe_2O_3$ ) производится из раствора. Раствор в разрядный промежуток подается с помощью чашечного фугуратора [2]. Electrodes угольные, заточенные на усеченный конус. Источник света -- высоковольтная конденсированная искра. Ширина щели спектрографа 0,015 - 0,018 мм. Для определения используются фотопластинки спектрографические (тип II) чувствительностью 15--20 ед. ГОСТ. Спектры фотографируются на спектрографе средней дисперсии.

Эталонные растворы приготавливаются следующим образом. Головной эталон (концентрация 100 мг/л  $Fe_2O_3$ ) готовится растворением в реактиве Тамма какой-либо хорошо растворимой соли железа (мы использовали железоаммонийные квасцы). Рабочие эталоны с необходимыми концентрациями  $Fe_2O_3$  получают разбавлением головного эталона. В качестве внутреннего стандарта используется соль марганцевокислого калия, 5%-ный раствор которого добавляется к эталонным и анализируемым растворам.

Определение проводится по методу трех эталонов. Градуировочный график прямолинейный и строится в координатах  $\Delta S - \lg C$ . Аналитическая пара линий  $Fe 260,0 - Mn 260,6$  нм. Коэффициент вариации не превышает 10%.

Малые концентрации железа (ниже 10 мг/л  $Fe_2O_3$ ) определяют методом испарения пробы из кратера угольного электрода [3]. Для приготовления пробы 5 мл фильтрата тщательно перемешивают с 1 г графитового порошка, подсушивают под инфракрасной лампой и еще раз перетирают в агатовой ступке.

Эталон приготавливают подобным образом. Основа эталон -- графитовый порошок. Головной эталон содержит 0,01%

$\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Эталонные образцы с меньшими концентрациями железа получают перетиранием одной части предыдущего эталона двумя частями основы.

К каждому эталонному и анализируемому образцу при их подготовке добавляется 1%-ый раствор марганцевокислого калия из расчета 1 мл раствора на 500 мг образца.

Приготовленные анализируемые и эталонные образцы помещаются в кратеры угольных электродов и сжигаются в дуге переменного тока ( $I \approx 10$  а). Подставной электрод — угольный, имеющий форму усеченного конуса. Спектры фотографируются на спектрографе средней дисперсии. Определение железа, как и в случае больших концентраций, осуществляется по методу трех эталонов. Аналитическая пара линий  $\text{Fe} 259,9$  —  $\text{Mn} 259,4$  нм.

Коэффициент вариации не превышает 20%.

Вывод. Определение подвижных ионов железа в глинах основано на извлечении их с помощью реактива Тамма и анализе фильтрата спектральными методами.

#### Л и т е р а т у р а

1. Аринушкина Е.В. Руководство по химическому анализу почв. М., 1970.
2. Ломоносова Л.С., Фалькова О.Б. Спектральный анализ. М., 1958.
3. Калинин С.К., Файн Э.Е. Спектральный анализ минерального сырья. Алма-Ата, 1962.