

Отклонения от среднего значения укладываются в пределах  $\pm 2\%$ .

При изменении количества нефтепродукта, из которого готовится вытяжка, количество стандартного раствора, расходуемого для достижения точки эквивалентности, изменяется пропорционально.

При индикаторном титровании такой строгой пропорциональности не наблюдается, так как сам индикатор не является нейтральным и, кроме того, момент изменения цвета индикатора зависит от концентрации раствора.

Испытания прибора показали, что воспроизводимость результатов лежит в пределах  $\pm 1\%$  при титровании водных растворов и  $\pm 2\%$  при титровании спиртовых вытяжек неф-

тепродуктов. Такие результаты были получены при длине рабочей части автоматической бюретки 80 мм. Воспроизводимость результатов зависит в значительной степени от правильности установки уровня раствора в бюретке в исходном положении и правильного положения конца следящей иглы относительно поверхности раствора при титровании. Воспроизводимость можно повысить, увеличив длину рабочей части бюретки и одновременно уменьшив диаметр.

Применение прибора наиболее рационально при массовых однотипных титрованиях, когда, кроме увеличения объективности и точности результатов, может быть значительно сокращено число лаборантов, занятых на этой операции.

В. А. ЗАРИНСКИЙ и Д. И. КОШКИН

## УСТАНОВКА ДЛЯ ВЫСОКОЧАСТОТНОГО ТИТРОВАНИЯ

(Институт геохимии и аналитической химии им. акад. В. И. Вернадского АН СССР)

Принцип нового метода объемного анализа — высокочастотного титрования — освещен в ранее опубликованных нами работах<sup>1,2</sup>, где рассмотрено изменение электрических характеристик водных растворов электролитов (диэлектрической проницаемости и электропроводности) при прохождении тока высокой частоты. Как и в кондуктометрическом методе, изменение величины тока, протекающего через ячейку с раствором электролита, определяется проводимостью последнего.

Высокочастотное титрование водных растворов электролитов обла-

дает следующими преимуществами по сравнению с обычным кондуктометрическим методом:

1. Благодаря отсутствию контакта металлических обкладок ячейки с исследуемыми растворами полностью исключается влияние поляризации, адсорбции, каталитических, окислительно-восстановительных реакций на поверхности электродов и другие явления, часто искажающие положение эквивалентной точки в кондуктометрии.

2. Устраняется экранирующее действие (на поле между обкладками) эмульсий, взвесей органических или неорганических соединений в титруемом растворе, осадков или нерастворимых пленок, делающих в ряде случаев невозможным титрование с помощью кондуктометрического метода.

<sup>1</sup> В. А. Заринский и Д. И. Кошкин, Журнал аналитической химии, т. IX, № 1 (1954).

<sup>2</sup> В. А. Заринский и Д. И. Кошкин, Журнал аналитической химии, т. X, № 2 (1955).

В настоящее время для высокочастотного титрования используется второй вариант прибора, разработанный нами в 1954 г.

### Описание установки

Принципиальная схема установки приведена на рис. 1. Сущность работы прибора такова: напряжение высокой частоты с анода генератора

амплитуда колебаний высокочастотного генератора при изменении в процессе титрования нагрузки на анодный контур генератора.

В анод генераторной лампы включен контур из индуктивности  $L_1$  и емкости, создаваемой монтажем (внутриэлектродной емкостью лампы и т. д.). В сетку лампы включен контур из индуктивности  $L_2$  и переменной

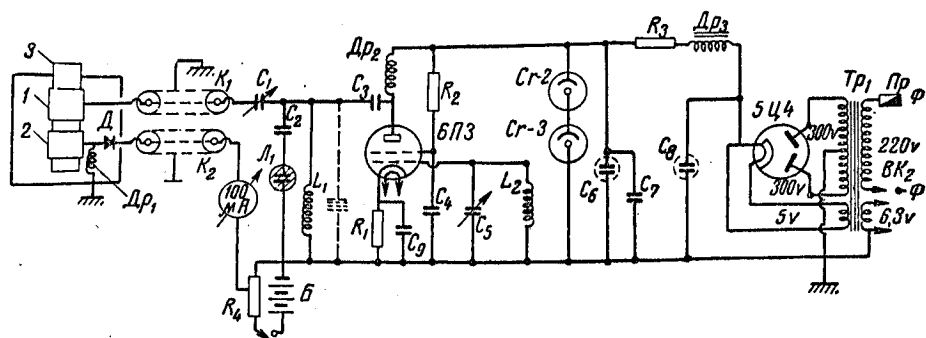


Рис. 1. Принципиальная схема установки для высокочастотного титрования:

$D$  — германиевый диод;  $Dp_1, Dp_2, Dp_3$  — дроссели;  $C_1$  — аттенюатор;  $C_2$  — триммер;  $C_3$  — 2000 мккф;  $C_4$  — 0,01 мкф;  $C_5$  — триммер;  $C_6$  — коаксиальный кабель;  $B$  — батарея;  $L_1$  — неоновая лампа;  $TP$  — силовой трансформатор;  $L_1, L_2$  — индуктивности контуров;  $C_6$  — 10 мкф, 450 в;  $C_7$  — 0,01 мкф;  $C_8$  — 10 мкф, 450 в;  $C_9$  — 0,01 мкф;  $R^1$  — 200 ом, 2 вт;  $BC$ ;  $R_2$  — 15 ком, 2 вт;  $BC$ ;  $R_3$  — 500 ом;  $IP$  — 0,5 а. предохранитель; 1, 2 — обкладки из латунной фольги; 3 — стеклянный стаканчик

подводится к одной из металлических обкладок (например, 1) на наружной стенке стеклянного стаканчика 3. Вторая металлическая обкладка 2 на стаканчике через выпрямительный элемент  $D$ ,  $Dp$  соединяется с микроамперметром постоянного тока. Ток высокой частоты проходит через конденсатор, образуемый двумя обкладками, стенками сосуда и исследуемым раствором, выпрямляется выпрямительным элементом и измеряется микроамперметром после каждой добавки реагента к раствору.

емкости  $C_5$ , с помощью которой сеточный контур настраивается в резонанс с анодным контуром для получения максимальной амплитуды колебаний.

Индикатором при настройке резонанса служит неоновая лампа  $L_1$ , подключенная к анодному контуру через емкость  $C_2$ , или же при включенной ячейке для титрования 3 — микроамперметр.

Часто при титровании изменение тока, текущего через ячейку, значительно больше 100 мка, при этом стрелка микроамперметра может уходить за пределы шкалы. Для уменьшения чувствительности установки напряжение высокой частоты, подаваемое на ячейку, понижается с помощью аттенюатора (ослабителя)  $C_1$ ; это возможно поскольку коаксиальный кабель, подводящий напряжение высокой частоты от генератора к ячейке, имеет значительную емкость.

В тех случаях, когда при титровании наблюдаются слишком незначительные изменения тока, можно уве-

<sup>3</sup> Данная схема носит название схемы параллельного питания ввиду того, что лампа и колебательный контур включены параллельно.

личить емкость конденсатора  $C_1$  (аттенюатора), тогда амплитуда напряжения высокой частоты, приложенного к ячейке, увеличится. В соответствии с этим увеличится по-

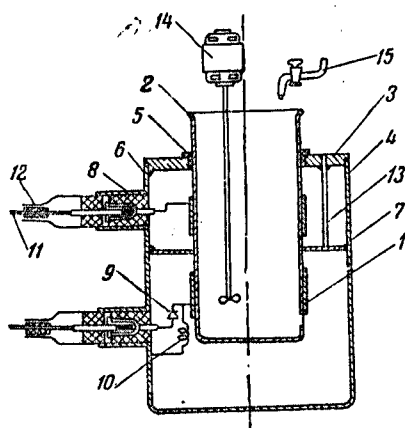


Рис. 2. Ячейка для высокочастотного титрования:

1 — обкладка из латунной фольги (2 шт.); 2 — стеклянный стаканчик; 3 — съемная крышка металлического экрана; 4 — металлический экран; 5 — кольцо из плексигласа для крепления стаканчика; 6 — вертикальная стенка; 7 — экран; 8 — два коаксиальных разъема; 9 — кристаллический диод; 10 — высокочастотный дроссель; 11 — центральный провод коаксиального кабеля; 12 — коаксиальный кабель; 13 — стойка для дополнительного крепления экрана 7 с крышкой 3; 14 — моторчик с мешалкой; 15 — бюретка для титрования

стоянный ток, проходящий через выпрямительный элемент и микроамперметр, а также произойдет изменение этого тока в процессе титрования.

Увеличение постоянного тока, проходящего через микроамперметр, компенсируется электродвижущей силой батареи  $B$  на 22,5 в (см. рис. 1). Э. д. с. изменяется потенциометром  $R_4$  и включается навстречу току от выпрямительного элемента до любого начального отсчета по шкале микроамперметра. Такая компенсация дает возможность производить отсчеты в пределах от нескольких  $\mu\text{ка}$  до 100  $\mu\text{ка}$ .

Применение коаксиального кабеля для подвода напряжения высокой частоты к ячейке дает возможность снизить уровень помех и всевозможных наводок. Для этой же цели детектор соединен с микроамперметром также коаксиальным кабелем или экранированным проводом.

На рис. 2 изображена ячейка для высокочастотного титрования, используемая в ряде последних исследований по применению метода к задачам аналитической химии. Конструкция этой ячейки предусматривает легкий доступ к стаканчику и его наружным обкладкам 1, 2, а также к элементам выпрямительного устройства — к дросселю 10 и германиевому диоду.

### Выполнение титрования

Подлежащий титрованию раствор вливают в ячейку. Если его объем недостаточен для того, чтобы уровень жидкости был несколько выше верхнего края верхней обкладки 1 (см. рис. 1), то в ячейку вливают несколько миллилитров воды<sup>4</sup>. Генератор включают за 5—10 мин. до начала титрования; если стрелка микроамперметра уходит за пределы шкалы, то ее возвращают примерно на середину шкалы с помощью компенсирующей э. д. с. После этого генератор настраивают на максимальную амплитуду колебаний с помощью переменного конденсатора; если при этом стрелка опять уйдет за пределы шкалы, то ее снова возвращают на середину.

При титровании хорошо проводящих растворов амплитуду подаваемого на ячейку напряжения высокой частоты необходимо уменьшить с помощью аттенюатора. При этом следует, используя компенсирующую э. д. с., установить стрелку на середину шкалы и снова добиться максимума генерации (меняя емкость  $C_5$ ). При слабо проводящих растворах на ячейку подают максимальное напряжение.

Прибавив реагент (при непрерывно работающей стеклянной мешалке), делают отсчет по микроамперметру. Если в процессе титрования изменения тока столь велики, что стрелка подходит к началу или к концу шкалы, то, зафиксировав последний отсчет, ее возвращают опять к середине шкалы и продолжают титрование, учитывая, конечно, этот

<sup>4</sup> В противном случае будет наблюдаться изменение силы тока, текущего через ячейку, по мере приливания реагента за счет изменения объема.

сдвиг стрелки микроамперметра при построении кривой титрования.

С помощью описанной выше установки можно производить самые разнообразные титрования, основанные на реакциях нейтрализации, окисления-восстановления, осаждения или комплексообразования, в процессе

которых меняется проводимость исследуемых растворов. В последнее время установка с успехом была применена для определения кислот и щелочей в темноокрашенных растворах искусственных смол и пластификаторов, для определения фенолов и т. д.

М. Н. БЛУВШТЕЙН

## ПРИБОР И МЕТОДИКА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИСТИРАЕМОСТИ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

(Ленинградский институт огнеупоров)

Длительность работы огнеупорной кладки металлургических и энергетических агрегатов, особенно доменных и коксовых печей, во многом зависит от подбора устойчивого к истиранию огнеупора.

Опубликованные ранее методы оценки огнеупоров по сопротивлению истиранию [1, 2] ввиду сложности их выполнения не внедрены, и оценка огнеупоров по сопротивлению истиранию не производится. Создание надежной и доступной для целей заводского контроля методики и аппаратуры имеет актуальное значение.

Нами предлагаются прибор и методика оценки огнеупоров по сопротивлению истираемости.

### Описание прибора

Прибор (рис. 1) состоит из трех основных частей: станка для вращения со счетчиком оборотов<sup>1</sup>, приспособления для установки и закрепления испытуемых образцов и электрической печи с карборундовыми нагревателями. Приспособление и электрическая печь показаны отдельно на рис. 2 и 3. Габариты прибора:  $880 \times 640 \times 350$  мм; размеры печи:  $205 \times 212 \times 95$  мм. Печь питается от электросети в 220 в через трансформатор с плавной регулировкой напряжения от 0 до 220 в.

<sup>1</sup> Использован стандартный настольно-сверильный станок марки ЗИС типа СН12А завода им. Коминтерна. Вместо электродвигателя приспособлено электро-сверло типа Д1-15 (300 об/мин).

Можно использовать лабораторный автотрансформатор типа ЛАТР на силу тока до 10 а. Потребляемая мощность равна от 0,1 ква при 20° до 1,7 ква при 1350°. Скорость подъема температуры 5° в минуту. Измерение температуры производят платино-платинородиевой термопарой, горячий спай которой устанавливают на расстоянии 5—6 мм от истираемой и боковой стенок испытуемого образца. Температура в зоне горячего спаи термопары должна быть на 20° выше заданной.

Истирание производят абразивными чашками (табл. 1). Нагрузка на испытуемый образец, найденная опытным путем, составляет для корундовой чашки 1000 г/см<sup>2</sup>, для карборундовой чашки — 800 г/см<sup>2</sup>. Число оборотов шпинделя 285 в минуту.

### Методика работы

В результате многочисленных опытов по истиранию различных видов огнеупорных материалов в «холодном» и «горячем» состоянии была установлена<sup>2</sup> следующая методика испытания.

Образцами служат призмы размером  $95 \times 60 \times 15$  мм, высеченные из кирпича вручную, перпендикулярно направлению при прессовании, и гладко отшлифованные на станке (рис. 4).

Абразивную чашку взвешивают и укрепляют на конце шпинделя прибора шайбой и винтом (см. рис. 2). Для смазки винта

<sup>2</sup> В разработке методики принимали участие З. К. Зыкова и С. И. Макарычева.