

О НЕКОТОРЫХ МЕТОДИЧЕСКИХ ОСОБЕННОСТЯХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ СЕРЫ В ГЛИНИСТОМ СЫРЬЕ

Базык А.Д., Васильева Л.В., Васильев А.М.

*ФГБОУ ВПО «КубГУ», Краснодар, ул.Ставропольская 149
strong.bazyk@mail.ru*

Проблема образования «высолов» и солевой коррозии на поверхности керамических изделий сегодня приобретает все более массовый характер. Одной из причин солевой коррозии на кирпичной кладке являются растворимые сульфаты щелочных и щелочноземельных металлов, содержащиеся в глинистом сырье. Для предотвращения образования сульфатного налета в керамической промышленности в сырье вводят добавку карбоната бария, количество которого должно строго контролироваться. Для этого нужно знать общее содержание серы в исходном глинистом сырье.

Суммарное содержание серы в глинистом сырье колеблется в диапазоне 0,02–1%. Стандартизированный метод определения серы продолжителен и трудоемок. В области низких содержаний аналита погрешность определения может достигать 300%.

Методами рентгенофлуоресцентного и гравиметрического анализа на примере стандартных образцов СПЗ (0,028%), СКР1 (0,04%), СЧТ1 (0,05%), СЧТ2 (0,05%), СГХМ2 (0,05%), СП1 (0,069%), СГХМ4 (0,43%) изучены основные источники возникновения ошибок определения. Предлагаемая схема кислотного вскрытия не обеспечивает во многих случаях полного разрушения силикатной матрицы. Существенным источником погрешности является наличие большого количества примесей в исходном сырье, в большей степени Fe. Источником погрешности в этом случае является соосаждение Fe раствором $BaCl_2$ при избыточной концентрации осадителя. Источником погрешности является также существенная гигроскопичность образующейся весовой формы сульфата бария.

Проведено рентгенофлуоресцентное определение серы в глинистом сырье на энергодисперсионном рентгенофлуоресцентном спектрометре EDX-8000 («Shimadzu») с использованием разных способов расчета - внешнего стандарта, калибровочного графика и стандартных добавок. При построении калибровочных кривых использовали функцию матричной коррекции интенсивности аналитической линии серы. Относительная погрешность определения при этом не превысила 10%.

Рентгенофлуоресцентный метод анализа показал себя более воспроизводимым, точным и экспрессным в диапазоне 0,02–1%, а значит более перспективным в определении валового содержания серы в глинистом сырье.