

АНАЛИЗ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ И РУДНЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ АЭС-ИСП С ГРАДУИРОВКОЙ ПО ОТНОШЕНИЯМ КОНЦЕНТРАЦИЙ

¹Каримова Т.А., ²Бухбиндер Г.Л., ³Романов С.Н., ¹Качин С.В.

¹СФУ, Красноярск, Россия

²Представительство Intertech Trading Corporation, Красноярск

³Представительство Intertech Trading Corporation, Киев, Украина
malaeva.tatyana@bk.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_10

Градуировка по отношениям концентраций обладает значительным потенциалом повышения точности результатов анализа геологических и рудных материалов с использованием атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП).

Для подготовки образцов к анализу предложены 2 схемы: разложение в смеси кислот HCl, HNO₃, HF (и H₃BO₃) и сплавление со смесью Li₂CO₃ и LiOH в серебряных или платиновых тиглях при температуре 700°C. Растворение в смеси кислот осуществляли в системе подготовки проб HotBlock 200 производства Environmental Express (США), оснащенной тефлоновыми пробирками-автоклавами вместимостью 55 см³, обеспечивающими герметичность при температурах до 200°C. Для градуировки спектрометра iCAP 7400 Duo производства Thermo Fisher Scientific (США) использовали ГСО состава горных пород и руд, оксиды кальция и кремния, карбонильное железо.

При анализе геологических материалов с содержанием SiO₂ более 20% предложена формула для расчета содержаний (п.п.п – потери при прокаливании, C_{SiO2}, C_{Al2O3}... – содержания компонентов в образце):

$$\frac{C_{Al2O3}}{C_{SiO2}} + \frac{C_{CaO}}{C_{SiO2}} + \dots + \frac{C_{ZrO2}}{C_{SiO2}} = \frac{100\% - \text{п.п.п.}}{C_{SiO2}} - 1 \quad (1)$$

Для анализа образцов, содержащих менее 20% SiO₂ и более 20% CaO в качестве основного компонента рассмотрена возможность использования оксида кальция. В этом случае для расчета содержаний элементов предложена формула:

$$\frac{C_{Al2O3}}{C_{CaO}} + \frac{C_{Fe2O3}}{C_{CaO}} + \dots + \frac{C_{ZrO2}}{C_{CaO}} = \frac{100\% - \text{п.п.п.}}{C_{CaO}} - 1$$

Для анализа образцов железорудного сырья при расчете содержаний компонентов предложены формулы 3 – для учета кислорода, необходимого для окисления закиси железа в оксид железа, и 4, так как железо представлено в виде суммы FeO и Fe₂O₃:

$$\frac{C_{Al2O3}}{C_{Fe2O3}} + \frac{C_{CaO}}{C_{Fe2O3}} + \dots + \frac{C_{ZrO2}}{C_{Fe2O3}} = \frac{100\% - \text{п.п.п.} + 0,111 * C_{FeO}}{C_{Fe2O3}} - 1$$

$$C_{Fe2O3np} = (C_{Fe2O3изм} * 0,6994 - C_{FeO} * 0,7773) * 1,4299,$$

где $C_{\text{Fe}_2\text{O}_3\text{изм}}$ – содержание оксида железа (III), измеренное на спектрометре, C_{FeO} – содержание оксида железа (II), определенное титриметрически.

Выполнено сравнение повторяемости и промежуточной прецизионности при использовании градуировки по отношениям концентраций, в абсолютных интенсивностях и с использованием внутреннего стандарта. Градуировка в относительных концентрациях обеспечивает лучшие метрологические характеристики по сравнению с другими вариантами градуировки геологических материалов. Основными факторами такого улучшения являются: исключение погрешности калибровки мерной посуды и погрешности взвешивания навесок анализируемых материалов из суммарной погрешности анализа; измерение больших значений интенсивностей элемента основы; более высокая точность измерения отношения интенсивностей по сравнению с измерением абсолютных интенсивностей.

АНАЛИЗ ЛИТИЯ И ЛИТИЕВЫХ СОЛЕЙ МЕТОДОМ АЭС-ИСП

¹Каримова Т.А., ²Бухбиндер Г.Л., ¹Качин С.В.

¹СФУ, Красноярск, Россия

²Представительство Intertech Trading Corporation, Красноярск
malaeva.tatyana@bk.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_11

Производство лития, литиевых солей, гидроксида лития – один из значимых трендов развития промышленности. Основным потребителем лития и литиевых солей является производство литиевых батарей. С другой стороны, соли лития и гидроксид лития высокой и особой чистоты востребованы в аналитической химии, как средства сплавления образцов, которые невозможно полностью перевести в раствор кислотами.

Аналитический контроль производства лития и литиевых солей – важная задача, которую можно, в основном, решить с использованием атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП). По сравнению с другими методами анализа, применяемыми для анализа лития и литиевых солей: АЭС с дуговым возбуждением спектра, атомно-абсорбционной спектроскопией и пламенной фотометрией, метод АЭС-ИСП имеет значительно меньший уровень матричных влияний, обладает более высокой чувствительностью и точностью, возможностью определения большего числа элементов. В литии, литиевых солях и гидроксиде лития в соответствии с требованиями нормативно-технической документации, заключаемых контрактов требуется определять более 20 примесей: Ag, Al, B, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Sb, Si, Sn, Sr, Ti, V, Zn.

В настоящей работе, с целью достижения максимальной чувствительности, исследована возможность применения аксиального обзора плазмы