

переносили в стакан вместимостью 250 мл, добавляли 50 мл смеси HCl и HNO₃ (3:1), упаривали до влажных солей, соли растворяли в 30 мл HCl (1:20), раствор переносили в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляли 5 мл 2,5%-ного раствора диоктилсульфида (ДОС) в ксилоле и проводили экстракцию в течение 10 минут. Отделившуюся органическую фазу поднимали в горлышко колбы, используя воду. Во втором способе навеску переносили в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавляли 50 мл смеси HCl и HNO₃ (3:1), упаривали до влажных солей, соли растворяли в 30 мл HCl (1:20), добавляли 5 мл 2,5%-ного раствора ДОС в ксилоле, проводили экстракцию в течение 10 минут, полученную смесь переносили в мерную колбу вместимостью 50 мл, отделившуюся органическую фазу поднимали в горлышко колбы, используя воду.

Измерения проводили на спектрометрах iCAP 6300 Duo и iCAP 7400 Duo производства Thermo Fisher (США) используя следующие параметры источника возбуждения: мощность, подводимая к плазме – 1150 Вт, потоки аргона: охлаждающий – 12 л/мин; вспомогательный – 0,5 л/мин; распылительный – 0,4 л/мин; скорость подачи раствора – 1 мл/мин. Во избежание отложений углерода на горелке во вспомогательный поток добавляли кислород – 0,07 л/мин. При замене ксилола на толуол распылительную камеру охлаждали до -10°C с использованием устройства Isomist производства Glass Expansion (Австралия).

С использованием большого массива аналитических результатов по испытанию золотосодержащих проб с различной матрицей и различным содержанием определяемого вещества в АО «ЗСИЦентр» была разработана методика определения золота в минеральном сырье. Область распространения данной методики включает горные породы, в том числе содержащие углистое вещество, полиметаллические и золотосодержащие руды, продукты их обогащения и переработки, а также отходы минерального происхождения. Диапазон измерений массовой доли золота составляет от 0,01 до 50 г/т (от 0,000001 % до 0,005 %). Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений под номером ФР.1.31.2020.36078.

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ КИСЛОТНОГО РАСТВОРЕНИЯ КРЕМНИЙСОДЕРЖАЩИХ ОБРАЗЦОВ ПРИ УЛЬТРАЗВУКОВОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

Троеглазова А.В.

СГУГТ, Новосибирск, Россия

A.V.Troeglazova@sgugit.ru

DOI: 10.26902/UDL2020_35

Анализ полупродуктов металлургического производства предполагает проведение предварительного кислотного растворения при термическом

воздействию. Однако этот способ малоэффективен при высоком содержании кремния в образце. Поэтому для повышения полноты вскрытия образцов, снижения длительности стадии пробоподготовки и обеспечения высокой воспроизводимости результатов процесс проводят в закрытых системах с ультразвуковым воздействием.

Цель исследования заключается в установлении оптимальных условий извлечения кремния из твердой фазы в раствор при кислотном растворении с ультразвуковыми колебаниями.

Для проведения исследований использовали образцы с различным матричным и примесным составом - металлургический кремний, медный концентрат, металлургический шлак свинцово-цинкового производства. Разложение исследуемых образцов осуществляли путем растворения навески в смеси концентрированных азотной и плавиковой кислот (хч) под действием ультразвуковых колебаний. Разложение осуществляли с использованием ультразвукового технологического аппарата «АЛЕНА» УЗТА-0,15/22-О (Россия) при варьировании мощности ультразвуковых колебаний в диапазоне от 10 до 90 % в диапазоне температур от 20 до 70 °С в течение 10-90 мин. Моделирование процесса разложения осуществляли методом шестифакторного планирования эксперимента. В качестве параметров отклика рассматривали степени извлечения аналита (%) из твердой фазы в раствор.

По результатам исследований были выведены математические модели, учитывающие влияние шести изученных факторов (мощность ультразвукового воздействия, температура растворения, продолжительность растворения, масса навески, размер частиц, доля HF в смеси) на степень извлечения аналитов из твердой фазы в раствор. Полученные модели позволяют оптимизировать процесс разложения при изменении одного или нескольких варьируемых факторов при ультразвуковом кислотном растворении кремнийсодержащих образцов с различным матричным и примесным составом. Так, варьируя мощность ультразвуковых колебаний (температура растворения 50 °С, масса навески 0,5 г; размер частиц 1,5 мм; доля HF в смеси 10 %), можно изменить продолжительность процесса растворения. Например, при мощности ультразвуковых колебаний 40 %, продолжительность кислотного растворения составляет 18 мин. Увеличение мощности ультразвука до 60 % приводит к снижению времени контакта фаз на 6 мин.

На основании полученных результатов были выбраны оптимальные условия кислотного разложения, позволяющие проводить количественное извлечение аналита: мощность ультразвукового воздействия на смесь 40 %, температура растворения 40 °С, продолжительность растворения 30 мин, масса навески 0,1 г, размер частиц 0,50 мм, доля HF в смеси 3,3 %.