

разделение катионов. При скорости пропускания раствора элюента $7 \text{ см}^3/\text{мин}$ через слой сорбента 220 мм время удерживания катионов никеля составило 30 минут, а кобальта – 140 минут. Предлагаемый способ разделения ионов кобальта(II) и никеля(II) на комплексообразующих ионообменниках позволяет эффективно разделять другие ионы с близкими значениями обменной емкости и констант устойчивости ионитных комплексов.

Полученные результаты могут быть использованы не только для разделения компонентов, но и промышленное применение сорбентов для очистки воды различного состава, который осуществляется в динамическом режиме. В противоточных колоннах реализуются непрерывные процессы, обеспечивающие селективное распределение компонентов между ионообменником и раствором, полное использование сорбционной емкости, сокращение временных затрат.

Работа выполнена при финансовой поддержке Госадания № 4.2186.2014/К.

СПОСОБЫ ПОДГОТОВКИ ПОРОШКОВЫХ ПРОБ ДЛЯ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА КРАСНЫХ ШЛАМОВ

Сухоруков А.В., Абрамов А.В., Жиликов А.Ю.

Уральский федеральный университет
620002, г Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

В работе изучены два способа подготовки порошковых проб для рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) красных шламов: прессование со связующей добавкой и сплавление с литий-боратными флюсами.

Для прессования использовали автоматический пресс Vaneox-40T Automatic. Выбранные параметры прессования: 1 стадия – 10 т, 10 с; 2 стадия – 20 т, 15 с; 3 стадия – 35 т, 15 с. Масса таблетки 8 г, диаметр – 40 мм. Перед прессованием красный шлам сушили и прокаливали. Установлено, что красный шлам без связующих добавок не запрессовывается, поэтому прессование проводилось со связующим веществом – борной кислотой марки ХЧ. Для выбора оптимального количества борной кислоты связующую добавку вводили в количестве 10, 15 и 25 мас.%. При 10 мас.% таблетки прессуются плохо, при извлечении возникают трещины и расслоения. При 15 и 25 мас.% таблетки запрессовываются без дефектов. Для минимизации разбавления пробы и увеличения интенсивности аналитического сигнала предпочтительно вводить добавку в количестве 15 мас.% [1].

Для сплавления порошковых проб красного шлама с флюсами применялась установка KATANAX PRIME K1, флюс на основе тетрабората (LiT) и метабората лития (LiM). В ходе изучения процессов сплавления установлены следующие оптимальные параметры приготовления литий-боратных дисков с красным шламом: LiT:LiM = 1:1, соотношение пробы к флюсу 1:4, несмачивающий агент – NaCl в количестве 0.15 г при массе диска 11 г. В этом случае красный шлак полностью растворяется в пробе и отношение сигнал:шум минимально. Однако при этом происходит сильное разбавление пробы, для его уменьшения можно использовать соотношение пробы к флюсу 1:2, в этом случае красный шлак растворяется не полностью, однако равномерно распределяется по стеклу, размер частиц составляет не более 10 мкм. Сплавление дисков с содержанием пробы во флюсе 1:1 приводит к неудовлетворительным результатам.

На спектрометре ARL ADVANT'X 4200W сняты спектры стеклянных дисков и прессованных таблеток, проведен их сравнительный анализ. Спектральные линии элементов, полученные при РФА литий-боратных дисков, менее интенсивны, чем линии в спектрах прессованных таблеток, что вполне ожидаемо и объясняется различной степенью разбавления. Однако необходимо отметить, что аналитический сигнал от стеклянных дисков более стабильный, т.е. разброс значений интенсивностей по отдельным линиям ниже. Также стеклянные диски значительно прочнее и неприхотливее при хранении. Поэтому для анализа основных компонентов целесообразно использовать литий-боратные диски, для анализа компонентов красного шлама с содержанием на уровне 10^{-4} – 10^{-3} мас.% оптимально использовать прессованные таблетки.

1. Лосев Н.Ф., Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. М.: Химия, 1982. 206 с.