

**РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
W, Ca, Si, Mn И S В ВОЛЬФРАМОВЫХ КОНЦЕНТРАТАХ**
Зайцева М.В.⁽¹⁾, Пупышев А.А.⁽¹⁾, Евдокимова О.В.⁽²⁾, Шуняев К.Ю.⁽²⁾

⁽¹⁾Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

⁽²⁾Институт металлургии УрО РАН
620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, д. 101

В химический состав вольфрамовых концентратов входят следующие компоненты: WO_3 (20-66 % мас.); MnO (0,1-20), CaO (0,5-10,0), SiO_2 (1,2-7,0), Fe_3O_4 (не контролируется), P (0,05-2,0); S (0,05-4,0) и др.

Для подготовки к анализу таких сложных проб использовано сплавление вольфрамовых концентратов на графитовой подложке в печи с резистивным нагревом «МАКС-2М». Анализ концентратов выполняли с помощью рентгенофлуоресцентного спектрометра «S4 Explorer» («Bruker», Германия).

Изучена возможность применения добавок $LiNO_3$, $NaNO_3$, Li_2CO_3 и Na_2CO_3 для снижения вязкости плава при сплавлении с флюсом и установлено, что Li_2CO_3 способствует равномерному распределению пробы по подложке, что снижает погрешность определения элементов. При фиксированных массах пробы и добавки Li_2CO_3 для флюсов $Li_2B_4O_7$, $(Li_2B_4O_7 + LiBO_2)$, $(Li_2B_4O_7 + Na_2B_4O_7)$ методом многофакторного планирования эксперимента были определены оптимальная масса добавки, время и температура сплавления. Для дальнейшей подготовки проб сплавлением был выбран флюс $Li_2B_4O_7$, обеспечивающий минимальные значения погрешности измерения интенсивности спектральных линий макрокомпонентов из-за лучшей однородности поверхности плава. Оптимизированные условия подготовки проб: масса пробы – 1 г, флюс $Li_2B_4O_7$ – 2,5 г, добавка Li_2CO_3 – 0,375 г, температура сплавления – 975 °С, время сплавления – 12,5 мин, атмосфера – воздух.

Методом термодинамического моделирования установлено, что в этих условиях сплавления не должны наблюдаться значимые потери определяемых элементов, в первую очередь – серы и фосфора.

Также методом многофакторного планирования эксперимента найдены оптимальные групповые условия возбуждения спектральных линий элементов (одновременно варьировали напряжение рентгеновской трубки (кВ) и силу тока, мА; время набора импульсов, с), обеспечивающие меньшую погрешность определения основных компонентов и повышение чувствительности определения примесных элементов: для W , Ca и Mn оптимальными параметрами являются 40 кВ, 25 мА, 45 с; для Si и S – 30 кВ, 30 мА, 50 с.

Для градуировки использовали стандартные образцы вольфрамовых концентратов (ГСО-1712-79 и ГСО-1710-79) и пробы концентратов, химический состав которых был определен после их переведения в раствор методом атомно-эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой. Для коррекции матричных помех при проведении рентгенофлуоресцентного анализа использовали метод альфа-коэффициентов, который показал достаточно сильное влияние Si, Fe, Ca, W и Mn на интенсивность спектральных линий определяемых элементов. Для снижения матричных помех была рассмотрена возможность введения тяжелого поглотителя (нитрат бария 0,25 г) в смесь для сплавления. Это позволило снизить погрешность градуировки с учетом альфа-коррекции.

Разработана методика одновременного рентгенофлуоресцентного определения W, Ca, Si, Mn и S способом подготовки проб сплавлением с тетраборатом лития и карбонатом лития на графитовой подложке, удовлетворяющая заданным метрологическим показателям.

ВЛИЯНИЕ РАЗМЕРА ЗЕРНА СОРБЕНТА И КОНЦЕНТРАЦИИ СОРБАТА НА КИНЕТИКУ СОРБЦИИ ПАЛЛАДИЯ (II) ПОЛИСИЛОКСАНАМИ

Холмогорова А.С., Голуб А.Я., Неудачина Л.К.

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

Для решения задач, связанных с извлечением, разделением и концентрированием благородных металлов большое значение имеют комплексобразующие сорбенты, обладающие большим сродством к ионам металлов данной группы.

Как известно, ионы палладия(II) относятся к ионам металлов с частично заполненными *d*-орбиталями и, как и все платиновые металлы, палладий обладает сродством к атомам серы и азота. Поэтому для извлечения данного металла интерес представляют полисилоксаны с привитыми тиомочевинными (ПСХМТ) и аминогруппами (АППС), синтезированные в Институте органического синтеза УрО РАН по золь-гель технологии.

Кинетику сорбции исследовали при ранее [1] установленных оптимальных условиях методом ограниченного объема. Оценено влияние концентрации ионов металла в сорбционном растворе и радиуса частиц сорбента на кинетику сорбционного процесса.