

Для определения смачиваемости поверхности угля рекомендуется применять методы приготовления рабочей поверхности, основанные на прессовании угольного порошка и шлифовании монолитного угля. Определение краевого угла на сколоте образце угля характеризуется большой погрешностью ввиду неоднородного минералогического состава угля.

Литература

1. Абрамов А.А. Флотационные методы обогащения. – М.: Изд-во Московского государственного горного университета, 2008. – 710 с.
2. Пат. 2457464 Россия МПК G 01 N 24/08. Способ определения смачиваемости порошковых материалов. Архипов В.А., Палеев Д.Ю., Трофимов В.Ф., Усанина А.С. Заявлено. 28.02.2011; Оpubл. 27.07.2012, Бюл. № 21. – 10 с.
3. Архипов В.А., Палеев Д.Ю., Патраков Ю.Ф., Усанина А.С. Определение краевого угла смачивания угольной поверхности // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. – 2011. – № 5. – С. 23 – 28.
4. Зимон А.Д. Адгезия жидкости и смачивание. – М.: Химия, 1974. – 146 с.
5. Drelich J., Laskowski J.S., Pawlik M. Improved sample preparation and surface analysis methodology for contact angle measurements on coal (heterogeneous) surfaces // Coal Preparation. – 2000. – Vol. 21. – № 3. – С. 246 – 275.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПАЛЛАДИЯ В ХВОСТАХ ОБОГАЩЕНИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМ₁ПЕРОМЕТРИИ

Э.М. Устинова¹, Э.В. Горчаков

¹ *Национальный исследовательский Томский политехнический университет,*

г. Томск, Россия

² *Ставропольский государственный аграрный университет, г. Ставрополь, Россия*

Палладий – химический элемент, относящийся к группе платиновых металлов. Широко применяется в различных областях науки и технике, а также во многих промышленных отраслях. Производится палладий как сопутствующий компонент при добыче меди, платины, серебра и золота, а также целенаправленно как основной компонент [1-5].

Одной из проблем аналитической химии в настоящее время является анализ руд и пород с низким содержанием благородных металлов в нетрадиционных месторождениях. Анализ на содержание золота и палладия, выполняемый при подсчете запасов месторождений, осложняется непредставительностью лабораторных проб малой массы, особенно если эти металлы присутствуют в самородной форме. К сожалению, большинство высокочувствительных инструментальных методов анализа ввиду сложности вскрытия навески большой массы (исключение составляет пробирное концентрирование) работают с непредставительными навесками малой массы [6,7].

На сегодняшний момент, с лучшей стороны зарекомендовала себя инверсионная вольтамперометрия с предварительным концентрированием. Данный метод анализа позволяет определять микроколичества элементов с высокой чувствительностью и минимальной погрешностью. Простота, экспрессность и дешевизна выполнения анализа делают его популярным.

В ходе определения палладия в настоящее время в качестве фонового электролита используются различные соединения содержащие нитрат-ионы.

Для полного переведения палладий содержащих проб в раствор применяют смесь кислот 37% HCl и 68% HNO₃ (3:1). После полного растворения проводят выпаривание раствора и несколько раз обрабатывают раствором, содержащим хлорид-ионы, для удаления NO₂ и переведения палладия в хлоридный комплекс. Полученную смесь фильтруют через плотный фильтр. Полученный фильтрат выпаривают до объема порядка 20 мл. Добавляют 1 мл 1 % раствора диметилглиоксима, перемешивают и оставляют на 10 минут для комплексообразования. В полученный раствор приливают 5-10 мл хлороформа и при легком встряхивании в течение 1 минуты проводят экстрагирование. Хлороформный экстракт сливают в чистый кварцевый стакан и упаривают до влажного остатка. Затем приливают 1 мл 1 М HCl, нагревают до слабого кипения и доводят раствор до минимального остатка. Полученный остаток после проведенной подготовки проб разбавляют 10 мл дистиллированной воды, помещают в вольтамперометрический анализатор и проводят вольтамперометрическое определение по методике, описанной ниже.

Снимают фоновую кривую: 10 мл фонового электролита 0,1М HCl помещают в кварцевый стаканчик, не прекращая перемешивания, снимают вольтамперограмму, при E₀ = -0,8 В. Отсутствие пиков на вольтамперограмме говорит о чистоте фона.

Добавляют аликвотную часть 1 мл анализируемого раствора, не прекращая перемешивания, снимают вольтамперограмму при потенциале накопления -0,8 В до воспроизведения сигнала. Затем вносят добавку стандартного образца палладия (II) 0,02 мл из 1 мг / дм³, не прекращая перемешивания, регистрируют сигнал до его воспроизведения. По высоте сигнала стандартной добавки вычисляли концентрацию палладия в растворе.

На рисунке 1 представлена анодная зависимость палладия от выбранного материала графитсодержащего электрода в качестве рабочего.

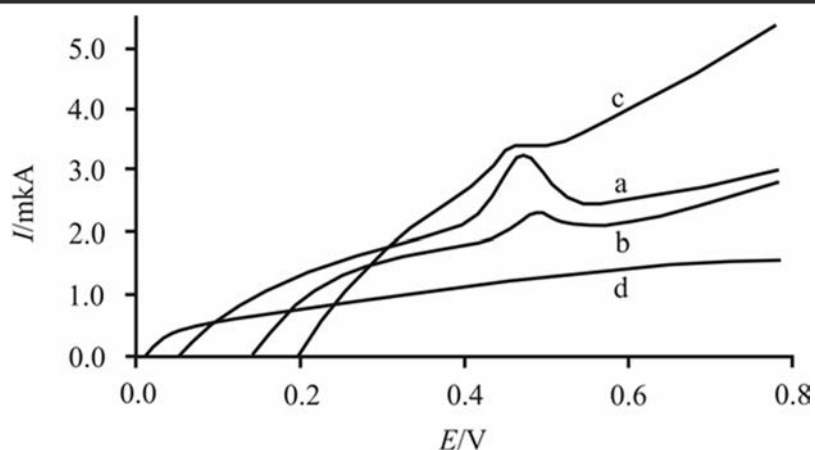


Рис. 1. Анодные зависимости палладия в 0,1 М НСl при скорости развертки 0,08 мВ. Условия опыта: графитовый электрод – а, сажевый электрод – б, сажевографитовый электрод – с, фоновая кривая d.

На рисунке 2 представлены анодные зависимости палладия от концентрации его ионов в растворе.

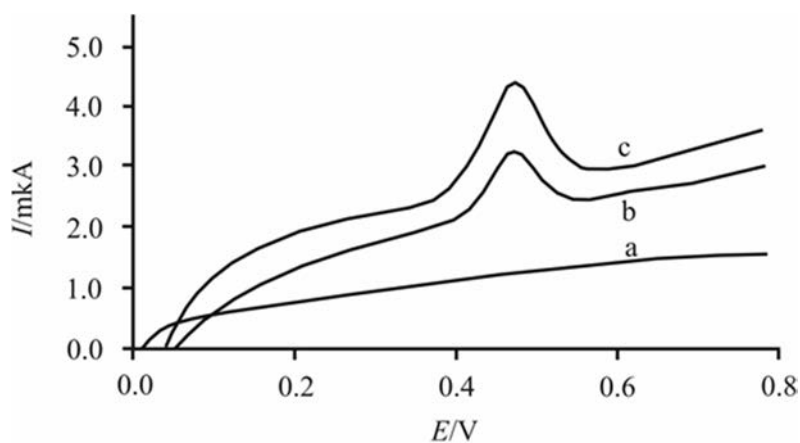
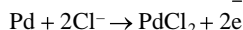


Рис. 2. Анодная зависимость палладия в 0,1 М НСl при скорости развертки 0,08 мВ. Содержание ионов палладия: 0 мкг/л (а), 2 мкг/л (б), 4 мкг/л (в).

Из представленного литературного обзора чувствительность определения палладия на нитрат-ионах составляет 0,5 мг / дм³. Использование соляной кислоты в качестве фонового электролита позволяет повысить чувствительность определения как минимум на полпорядка.

Как видно из представленных зависимостей (рис. 1), наиболее приемлемым материалом, используемым для изготовления электрода при определении палладия, является графит (рис. 1 а).

Анодные зависимости, представленные на рис. 2, показывают равномерный рост сигнала от увеличения концентрации палладия в растворе. Механизм может быть описан следующим уравнением:



Равномерный рост от концентрации палладия в растворе лежит в широком диапазоне, что говорит об универсальности предлагаемой методики определения.

Заключение.

Таким образом, предложенный графитовый электрод в качестве рабочего показал большую чувствительность по сравнению к другим примененным электродам в ходе экспериментальных исследований.

Широкий диапазон определяемых концентраций делает методику определения палладия универсальной, что может быть применено в любых лабораториях.

Литература

1. Ермаченко Л.А., Ермаченко В.М. Атомно-абсорбционный анализ с графитовой печью: Методическое пособие для практического использования в санитарно-гигиенических исследованиях / Под ред. Л.Г. Подуновой. – М.: ПАИМС, 1999. 220 с.
2. Enzweiler J., Potts Ph. J. The separation of platinum, palladium and gold from silicate rocks by the anion exchange separation of chloro complexes after a sodium peroxide fusion: an investigation of low recoveries // Talanta. – 1995. – V. 42. – № 10. – P. 1411 – 1418.
3. Shukla J., Pitre K. S. Electrochemical trace analysis of gold in ore // Analyst. – 1996. – V. 121. – № 1. – P. 79 – 81.

4. Barefoot R. R., Van Loon J. C. Recent advances, in the determination of platinum group elements and gold // Talanta. – 1999. – V. 49. – № 1. – P. 1 – 14.
5. Ivanova E.H., Gentsheva G.D. Determination of platinum metals in environmental and biological samples // Bulg. Chem. Commun. – 2000. – V. 32. – № 2. – P. 191 – 201.
6. Устинова Э.М., Колпакова Н.А., Горчаков Э.В., Глызина Т.С. Оценка фазового состава электролитических осадков, содержащих платину // Известия Томского политехнического университета. – 2010. – № 317. – Вып. 3. – С. 107 – 112.
7. Устинова Э.М., Колпакова Н.А., Горчаков Э.В., Глызина Т.С. Оценка фазового состава электролитических осадков, содержащих платину и золото // Журнал структурной химии. – 2010. – Т. 51. – 203 – 208.

УТИЛИЗАЦИЯ РИСОВОЙ ШЕЛУХИ ВЬЕТНАМА С ПОЛУЧЕНИЕМ АКТИВИРОВАННОГО УГЛЯ

Нгуен Мань Хиуе¹

Научные руководители профессор В.В. Коробочкин¹, профессор Нгуен Ван Ту²

¹Национальный исследовательский томский университет, г. Томск, Россия

² Ханойский университет науки и технологии, г. Ханой, Вьетнам

В настоящее время употребление активированного угля в качестве адсорбентов увеличивается быстрыми темпами из-за развития промышленности в развивающихся странах. Сырьевая база активированного угля довольно разнообразна – от растительных отходов до бурых и каменных углей. В качестве сырья используются в основном слабоспекающиеся каменные угли, торф. Полученные активированные угли из этих источников сырья имеют большую зольность и низкую прочность. Кроме этого, со времени запасы этих сырьевых ресурсов сокращаются. Поэтому поиск альтернативных источников сырья для производства активированного угля является актуальной проблемой.

В 2015 году производство риса во Вьетнаме составляло 45 миллионов тонн и продолжает увеличиваться в ближайшее время в связи с применением более совершенных технологий в процессах выращивания риса. При переработке риса образуется огромное количество шелухи, которая является трудно перерабатываемым отходом в связи с присутствием в ней значительного количества диоксида кремния. По данным [1] рисовая шелуха состоит из большого количества углерода в составе природных полимеров – целлюлозы и лигнина. Эти полимеры, кроме углерода, содержат в достаточном количестве водород и кислород, которые способствуют получению активированного угля с развитой пористой структурой. Производству активированного угля из рисовой шелухи были посвящены многие работы [2, 3], в которых показано, что можно получить активированный уголь с большим значением удельной поверхности, но в этих работах не были показаны пути утилизации значительного количества аморфного диоксида кремния, который является дорогостоящим источником сырья в электронной технике. В данной работе предлагается новый путь утилизации рисовой шелухи с получением и активированного угля и аморфного диоксида кремния в одной технологической линии.

Процесс производства состоит из следующих основных этапов: карбонизация рисовой шелухи при оптимальной температуре для удаления влагосодержания, части летучих органических веществ и также для предварительного формирования пористой структуры; выщелачивание карбонизированной шелухи гидроксидом натрия с последующим осаждением и фильтрованием; активация обескремниевой рисовой шелухи; переработка продуктов фильтрации в диоксид кремния.

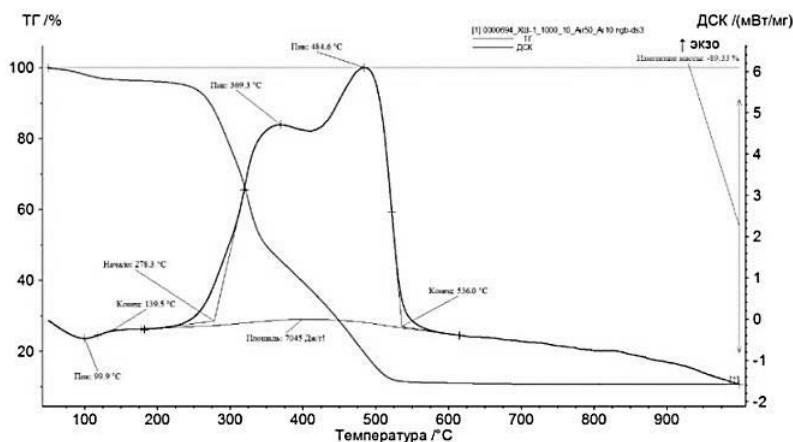


Рис. 1. Кривая ТГА рисовой шелухе в токе воздуха

В процессе карбонизации происходят реакции расщепления и синтеза с рекомбинацией, которые в итоге приводят к накоплению плоских образований из гексагонов – предшественников графенов. Температура карбонизации является ключевым параметром, который влияет на свойство полученного карбонизированного