

ОСОБЕННОСТИ ПРОБОПОДГОТОВКИ ПРИ АНАЛИЗЕ КВАРЦИТА МЕТОДОМ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

М.С. Остапенко

Научный руководитель – д.х.н., профессор Г.Б. Слепченко

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, mashylichka.ost@mail.ru*

Для выплавки ферросилиция соответствующей марки необходим метод проведения анализа кварцита, который используется в качестве исходного материала, который бы отличался точностью и экспрессностью.

Кварцит анализируется рентгенофлуорисцентным методом, который является одним из методов рентгеноспектрального анализа, основанного на взаимодействии рентгеновского излучения с анализируемым веществом. Его анализ производится в виде тонкоизмельченного порошка. Данная форма анализируемых образцов является трудным объектом для изучения.

Проведение пробоподготовки при неправильных условиях влияет на интенсивность спектральных линий из-за различной крупности частиц, в связи с этим снижает правильность и точность результатов определения состава кварцита.

Таким образом, целью работы являлось изучение условий пробоподготовки (размер частиц и время измельчения) на результаты проводимого анализа кварцита методом рентгенофлуорисцентной спектрометрии.

ния», т.е. обмакивали в пробу вату, далее – стряхивали порошок на подложку. Затем тонкий слой немного увлажнили спиртом и прессовали.

Спектр кварцита охватывает широкий диапазон длин волн: Fe ($\lambda=0,194$ нм) лежат в средневолновой области спектра, а линии Si ($\lambda=0,713$ нм) – в длинноволновой. Поэтому полностью исключить влияние крупности частиц на результаты анализа невозможно, их можно только учесть или стабилизировать.

При проведении количественного анализа кварцита использовался рентгенофлуорисцентный волнодисперсионный спектрометр Supermini 200 компании Rigaku (Япония). Условия измельчения кварцита выбирались экспериментально в зависимости от времени истирания Тист. От усредненной пробы кварцита были отобраны 3 навески массой 50 г и крупностью 0,1–0,2 мм. Навески измельчали последовательно 1, 3 и 5 мин на дисковой вибромельнице. Из полученного порошка прессовали 10 таблеток. Полученные средние значения относительных интенсивностей и концентрации определяемых веществ приведены в таблице 1.

Таблица 1. Зависимость концентрации определяемых веществ от времени истирания пробы

Время истирания, мин.	Концентрация определяемых веществ, %				
	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	TiO ₂
1	97,0±5,6	0,10±0,02	1,69±0,05	0,039±0,05	0,02±0,05
3	97,5±5,6	0,13±0,02	1,19±0,05	0,034±0,05	0,03±0,05
5	97,8±5,6	0,15±0,02	0,82±0,05	0,029±0,05	0,04±0,05

В процессе пробоподготовки проводилось измельчение пробы в дисковой вибрационной мельнице до крупности частиц менее 50 мкм. Чем меньше и однороднее будет размер частиц пробы, тем более однородной будет спрессованная из порошка таблетка.

Для изготовления таблетированных образцов материала использовали лабораторный пресс с усилием 20 тонн. В качестве пластификатора была выбрана борная кислота. Наносили измельченный кварцит методом «напудрива-

Из полученных данных видно, что наилучшие результаты дает истирание пробы в течение 5 мин. Однако истирать пробу дольше 5 минут нецелесообразно, т.к. высока вероятность загрязнения анализируемого образца материалами истирающей системы.

Подготовка пробы методом истирания с последующим прессованием является более простой и экспрессной, не требующей дополнительного оснащения и обучения лаборантов.