

Введение

Бесспорное извлечение минерала из сырья несет с собой склонность к засорению процесса и что из этого обогащения выигрывает

Важным и перспективным источником сырья для производства апатитового концентратов являются апатит-штраффелитовые руды. Опыт флотационного обогащения таких руд показывает, что при их обогащении наблюдается усложнение состава и свойств исходного сырья. В дальнейшем это усложняет анализ материала.

Кобзарев
апатит
штраффелит
и флюсующий
минералы

В апатит-штраффелитовых рудах содержатся фосфатные минералы с резко измененными механическими и физико-химическими свойствами. Вследствие прошедших экзогенных и гипергенных процессов нарушается структура и существенно снижается прочность фосфатных и породных минералов, что способствует их интенсивному переходу в шламовые классы. Ошламование фосфатных и породных минералов затрудняет их разделение, что увеличивает потери ценных компонентов (P_2O_5 и $Fe_{общ}$), и снижает качество концентрата.

Задача эффективного обогащения апатит-штраффелитовых руд может быть решена путем выбора технологических режимов, схем сгущения и селективной флотации, а также выбора эффективных флотореагентов, обеспечивающих интенсивное сгущение шламовых фракций и не оказывающих отрицательного влияния на последующий процесс флотации.

Поставленная задача является актуальной для предприятий, решающих задачу вовлечения в переработку труднообогатимых типов апатитсодержащих руд, и ее решение позволит повысить полноту извлечения ценных компонентов и повысить технико-экономические показатели обогащения [1].

Решить данную проблему помогут разнообразные методы аналитического контроля. Наиболее эффективными методами для определения массовой доли оксида фосфора (P_2O_5) являются титриметрический молибденовый и рентгеновский спектрометрический. Допускается определять массовую долю оксида фосфора дифференциальным фотометрическим методом [2].

Внедрение экспрессного метода анализа пирита P_2O_5 и MgO в готовой и товарной продукции

P_2O_5 и MgO - спирт-марки

и заменение отдельных марок - цена

Поскольку отдельные партии - химия

дает результаты после загрузки товарных вагонов - по спросу не подходит

1 Апатитовые руды как объект анализа

1.1 Апатитовые руды

Апатитовые руды — природные минеральные агрегаты, содержащие апатит в таком количестве и такой форме, когда технологически возможно и экономически целесообразно его извлечение в концентрат.

Апатитовые руды разделяют по содержанию P_2O_5 на богатые (более 18%), бедные (5-8%) и убогие (3-5%); в комплексных рудах апатит может присутствовать в качестве главного компонента или одного из ~~главных~~ ^{убогих}, второстепенного или как сопутствующая примесь (обычно незначительная). По условиям образования месторождения апатитовых и комплексных апатитсодержащих руд подразделяют на эндогенные, экзогенные и метаморфизованные. Среди эндогенных различают магматические, карбонатитовые, пегматитовые, контактово-метасоматические, гидротермальные и вулканогенно-осадочные месторождения, объединяемые в несколько рудных формаций. Они связаны с магматическими породами центральных интрузий агпайтовых нефелиновых сиенитов, ультраосновных щелочных пород, щелочных габброидов, щелочных и нефелиновых сиенитов. К экзогенным относят месторождения выветривания, приуроченные к формации коры выветривания на карбонатитовом и камафоритовом субстратах. Метаморфизованные месторождения приурочены к апатит-кварц-диопсидовой и апатит-доломитовой формациям.

Наибольшее промышленное значение имеют магматические и карбонатитовые месторождения. Особенno значительны скопления в массивах щелочных магматических пород, в которых апатитоносность характерна для формаций центральных интрузий агпайтовых нефелиновых сиенитов.

Апатитовые руды содержат следующие минералы: апатиты $Ca_5[PO_4]_3(F, Cl, OH)_2$, нефелин $(Na, K)AlSiO_4$, пироксены $(Mg, Fe)_2Si_2O_6$, полевые шпаты $K[AlSi_3O_8]$, $Na[AlSi_3O_8]$, $Ca[AlSi_3O_8]$, сфен (титанит) $CaTi[SiO_4]$, но в разных количественных соотношениях и с различными текстурными особенностями.

В некоторых апатитах отмечаются примеси Mn (до 7,6% MnO), Sr (до 23,7% SrO), Mg (до 0,5% MgO), Fe (до 4,6% $FeO + Fe_2O_3$), Al (до 1,5% Al_2O_3), TR (до 12% TR_2O_3), Th (до 0,6% ThO_2); в анионной части — примеси CO_2 (до 4,5%), SO_3 (до 3,7%), SiO_2 (до 2%).

В зависимости от состава различают: фторапатит, хлорапатит, гидроксилапатит, карбонатапатит (подолит, курскит), фторкарбонатапатит (франколит или штаффелит) и

др. Наибольшее распространение и практическое значение имеют фторапатит и фторкарбонатапатит. Теоретическое содержание P_2O_5 в А. 42,3%. Кристаллизуется в гексагональной сингонии, образуя удлинённо-призматические до игольчатых, реже таблитчатые кристаллы. Агрегаты: зернистые, иногда почковидные, землистые, оолитовые и др. Физические и оптические свойства апатита меняются в зависимости от состава минерала. Цвет апатита обусловлен наличием примесей или дефектами структуры: голубой, сине-зелёный, жёлто-зелёный, розовый при замещении Ca^{2+} на Mn^{3+} (в зависимости от концентрации последнего); синий при наличии дырочных центров O^- ; при значительных количествах включений гематита тёмно-красный, органики — чёрный, глинистых веществ или гидроокислов Fe — серый, бурый. Генетически связан с различными магматогенными метаморфическими и осадочными комплексами.

1.2 Области применения апатитовых руд

Объекты

Апатит является сырьём для производства фосфорных удобрений, фосфора и фосфорной кислоты, его применяют в черной и цветной металлургии, в производстве керамики и стекла. Апатит изредка используют ювелиры, но его широкое применение в ювелирном деле невозможно из-за невысокой твёрдости этого камня и того, что апатит очень хрупкий. Ювелирные апатиты имеют небольшие размеры — обычно до 5 карат, изредка до 20 карат, но они представляют почти исключительно коллекционный интерес.

Самый крупный кристалл апатита ювелирного качества был найден в Кении и весил 147 карат [3].

1.3 Апатитовые месторождения

Россия

Наиболее крупными запасами апатитовых руд располагают Бразилия, ЮАР, Финляндия, Уганда, Норвегия, Зимбабве, Канада, Испания, Индия. В России одним из крупнейших производителем апатитового концентрата является Ковдорский горно-обогатительный комбинат (Ковдорский ГОК). Ковдорское месторождение апатит-штафелитовых руд (АШР) расположено в трёх километрах к юго-западу от г. Ковдор Мурманской области. [?]

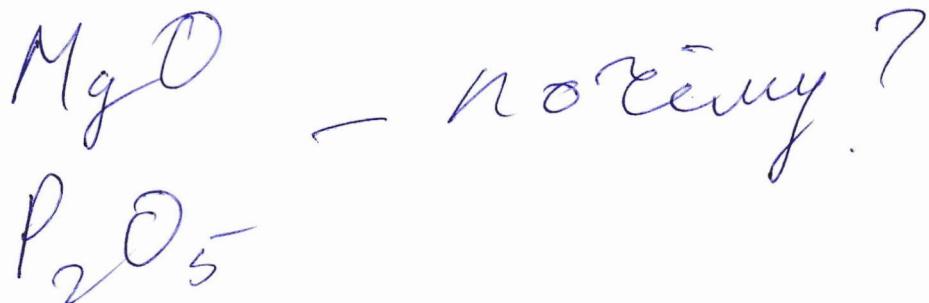
Богатые руды собственно апатит-штафелитового состава составляют 34% запасов месторождения и в среднем содержат 25% P_2O_5 , 8,3% железа, 2,6% CO_2 . Они

представлены плотными разновидностями, а также смесями рыхлых и каменистых руд, сформированными по мономинеральным карбонатитам. *Лучше минералы писать*

Бедные руды апатит-литофедитгидрослюдистого состава составляют 66% запасов и в среднем 10,65% P_2O_5 . Они представлены рыхлыми и твердыми разновидностями, а также их смесями, сформированными со значительным количеством реликтов и ксенолитов боковых пород силикатного состава с примесями реликтовых ассоциаций минералов вмещающих пород.

Объёмы выпуска основной продукции ГОКа: железная руда >5,70 млн тонн руды в год; апатит >2,70 млн тонн концентрата в год; бадделеит > 8,85 тыс. тонн концентрата в год [4].

Как правило, при добыче руды необходимо контролировать содержания полезных компонентов непосредственно в руде, в продуктах обогащения руды (концентратах), а также в хвостах – отходах обогащения руды. Кроме содержания полезных компонентов необходимо контролировать содержания вредных примесей, негативно сказывающихся при использовании полученных продуктов в промышленности. Таким образом, задача определения элементного состава руд и продуктов их переработки заключается в определении большого количества элементов в диапазоне содержаний от $n^*0,01\%$ до $n^*10\%$ [5].



2 Методы аналитического контроля апатит-штаффелитовых концентратов

Ре_{О₃} и MgO

Для контроля содержания ~~железных~~ компонентов в апатит-штаффелитовых концентратах используются такие методы, как титриметрический ~~молибденовый~~ и рентгенофлуоресцентный [2].

*и атомно-эмиссионный ТСР
развилши методик! метод*

2.1 Титриметрический анализ

MgO > 1%

Титриметрический анализ (ранее называвшийся объемным анализом) относится к химическим методам количественного анализа. Количество вещества здесь определяют путем точного измерения объема (или массы) раствора реагента (титранта), вступившего в химическую реакцию с определяемым веществом. Измерение объема раствора титранта проводят постепенным приливанием его из бюретки (измерительный сосуд) в исследуемый раствор (титрование) до момента, пока количество его не будет химически эквивалентно количеству определяемого вещества. Этот момент называют точкой эквивалентности, или теоретической точкой конца титрования. Для его определения в исследуемый раствор добавляют вспомогательное вещество — индикатор, который по завершении реакции между титрантом и определяемым веществом претерпевает видимое на глаз изменение — изменяется цвет раствора, появляется помутнение и т.п.

Изменение индикатора не точно совпадает с точкой эквивалентности, поэтому говорят о конечной точке титрования (к.т.т.). Хотя разность объемов раствора титранта в точке эквивалентности и в конечной точке титрования будет очень мала, но все же она существует, в результате чего возникает систематическая погрешность титрования.

Для определения количества вещества в титриметрическом анализе кроме объема раствора титранта необходимо точное знание его концентрации. Раствор с точно известной концентрацией называют стандартным (иногда рабочим). Концентрацию стандартного раствора определяют либо непосредственно — растворением тщательно взвешенного количества чистого реагента и разбавлением полученного раствора до точно известного объема, либо косвенно — титрованием его стандартным раствором другого подходящего реагента.

Прямое определение концентрации стандартного раствора возможно лишь в случае, если реагент удовлетворяет ряду требований: 1) он должен быть химически чистым; 2) состав его должен строго соответствовать формуле; 3) он должен быть

2.2 Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА)

*Откуда он здесь? Что и как делают
какие проблемы с чем связано?*

2.2.1 Физические основы рентгенофлуоресцентного анализа

Излучение, содержащее частицы различных энергий, или предварительно монохроматизированное, с известной энергией частиц, взаимодействует с исследуемым образцом. В зависимости от механизма взаимодействия, регистрируются частицы либо того же сорта, либо другие частицы, появившиеся в результате взаимодействия (в рентгеновской спектроскопии – оже-электроны). По энергетическому составу регистрируемых частиц делаются выводы о физических свойствах образца.

Рентгеновское излучение представляет собой один из видов электромагнитного излучения, длины волн которого расположены в области спектра от 0,01 до 100 нм. Для рентгеноспектрального анализа чаще всего используют длины волн в области от 0,04 до 1,8 нм.

В качестве источника излучения могут использоваться как рентгеновские трубы, так и изотопы каких-либо элементов. Наиболее распространена рентгеновская трубка.

В настоящее время в рамках рентгеноспектрального анализа можно выделить четыре основных направления:

- анализ по первичным эмиссионным спектрам,
- анализ по вторичным спектрам или рентгенофлуоресцентный анализ,
- анализ по спектрам поглощения,
- анализ по фото - и оже-электронам.

Первичное рентгеновское излучение возникает при бомбардировке атомов твердого тела заряженными элементарными частицами. При облучении твердого тела первичным рентгеновским излучением возникает два типа вторичного рентгеновского излучения: рассеянное и флуоресцентное. Возбуждение рентгеновских лучей бомбардировкой твердого тела протонами и более тяжелыми ионами возможно при ускорении этих частиц до очень высоких энергий (порядка нескольких МэВ), для чего в качестве ускорителей применяют электростатические генераторы или циклотроны. Удобными источниками рентгеновского излучения являются некоторые радиоактивные изотопы, которые либо сами испускают рентгеновское излучение, либо выбрасывают электроны. При бомбардировке мишени электронами возникает тормозное или непрерывное рентгеновское излучение. Бомбардирующие электроны могут выбрасывать из мишени внутренние электроны, после чего эти атомы испускают линейчатое

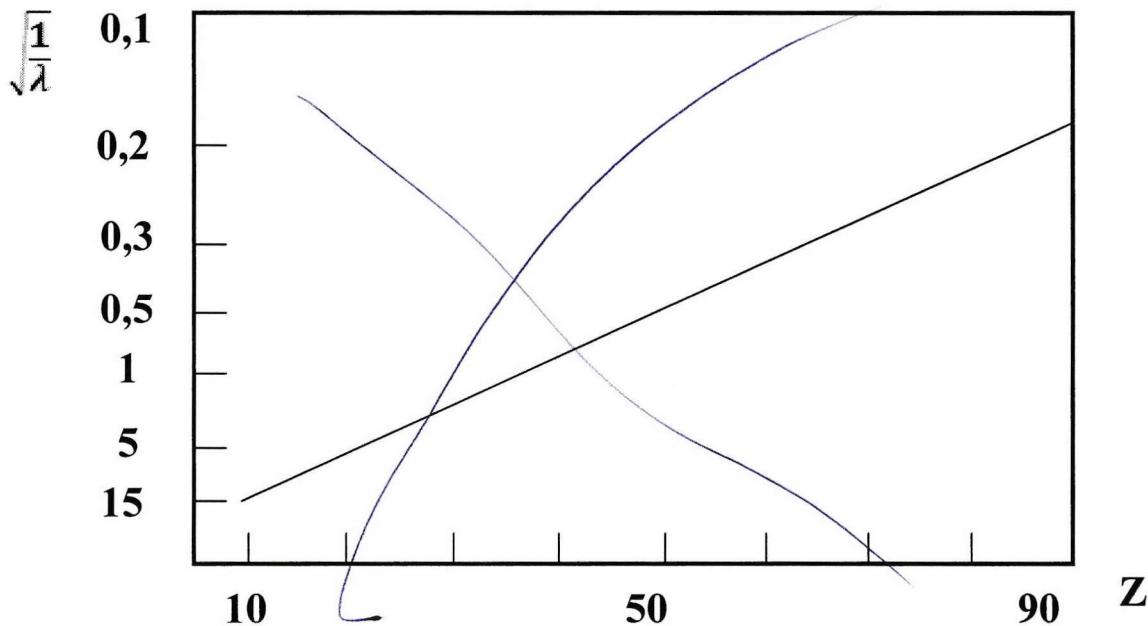


Рисунок 2 – Зависимость Мозли [8].

Флуоресценция – физический процесс, представляющий собой излучательный переход возбужденного состояния с самого нижнего синглетного колебательного уровня в основное состояние. В общем случае, флуоресценция - это короткоживущее испускание возбужденной молекулой поглощенного излучения при большей длине волны, чем поглощение, причем часть или вся избыточная колебательная энергия молекулы предварительно теряется ею вследствие столкновений. Типичное время жизни такого возбужденного состояния составляет 10^{-11} – 10^{-6} с [9].

При поглощении фотона первичного излучения из атома выбрасывается фотоэлектрон и образуется вакансия в одной из внутренних оболочек. Уменьшение энергии атома путем заполнения этой вакансии более удаленным от ядра электроном возможно переходами двух типов: радиационным с испусканием фотона характеристического излучения и безрадиационным с выбрасыванием из атома еще одного электрона. В первом случае атом испускает флуоресцентное излучение, во втором случае – нет [10].

Задача рентгеновской флуоресценции заключается в качественном и количественном определении химических элементов на основе измерения их характеристических спектров. К тому же необходимо вызвать эмиссию рентгеновских лучей тех химических элементов, которые представлены в пробе. Так как характеристические рентгеновские лучи образуются только при переходе электронов оболочки на нижние, незаполненные энергетические уровни атома, то должен быть применен метод, при котором становится возможным удаление электронов с самых

внутренних оболочек атома. К тому же внутренним электронам необходимо передать энергию большую, чем их энергия связи в атоме.

Для этого существуют различные возможности:

- облучение элементарными частицами достаточной энергии, которые при столкновительных процессах передают электронам оболочки энергию, необходимую для их удаления из атома,
- облучение рентгеновскими или гамма-лучами радионуклидов,
- облучение рентгеновскими лучами из рентгеновской трубки.

В рентгеновской трубке электроны ускоряются в электрическом поле и устремляются к материалу мишени, где они тормозятся. Технически это реализуется таким образом, что между нагретым катодом (например, спиральная нить накала) и анодом из подходящего материала прикладывается сильное электрическое поле. Электроны испускаются из нагретого материала катода и ускоряются, благодаря приложенному высокому напряжению, в направлении анода. Далее они проникают в материал анода и теряют там свою энергию в результате торможения. Только малая часть энергетических потерь электронов испускается в виде рентгеновских квантов. Большая часть энергии уходит на нагрев материала анода. Отсюда следует, что анод должен охлаждаться. Технически это реализуется с помощью подключения циркуляционного контура водяного охлаждения.

При торможении в материале анода может быть достигнута максимальная рентгеновская энергия 30 кэВ, то есть распределение многих рентгеновских квантов по энергиям лежит в диапазоне от нуля до максимальной энергии. Представляя интенсивность этого вида рентгеновских лучей в зависимости от энергии, получают спектр тормозного излучения трубы.

В дополнение к спектру тормозного излучения рентгеновская трубка эмитирует и характеристическое излучение, которое имеет особую важность для флуоресцентного анализа [8].

2.2.2 Особенности метода рентгенофлуоресцентного анализа

Предел обнаружения
Предел определенности

РФА относят к категории элементных анализов. Диапазон определяемых элементов и границы их обнаружения в РФА зависят от используемой аппаратуры. В общем случае, в область определяемых входят элементы от В до U включительно. Граница обнаружения зависит от атомного номера элемента, например, для фосфора граница обнаружения составляет 0,01%, для элементов начала V периода оценивается в 0,0002%. Метод характеризуют высокая экспрессность и относительно простая пробоподготовка.

определение метода изучения

Известны методики РФА твердых и жидких образцов, дисперсных и монолитных, образцов растительного, животного и минерального происхождения. Метод отличает возможность отсутствия химических изменений, которые могут произойти с образцом в процессе анализа [13].

Предел обнаружения концентраций при рентгенофлуоресцентном анализе зависит от атомного номера элемента и от серии (K и L), к которой принадлежит аналитическая линия. На рисунке 3 представлена зависимость предела обнаружения C_{\min} от атомного номера элемента Z при анализе по линиям K и L-серий.

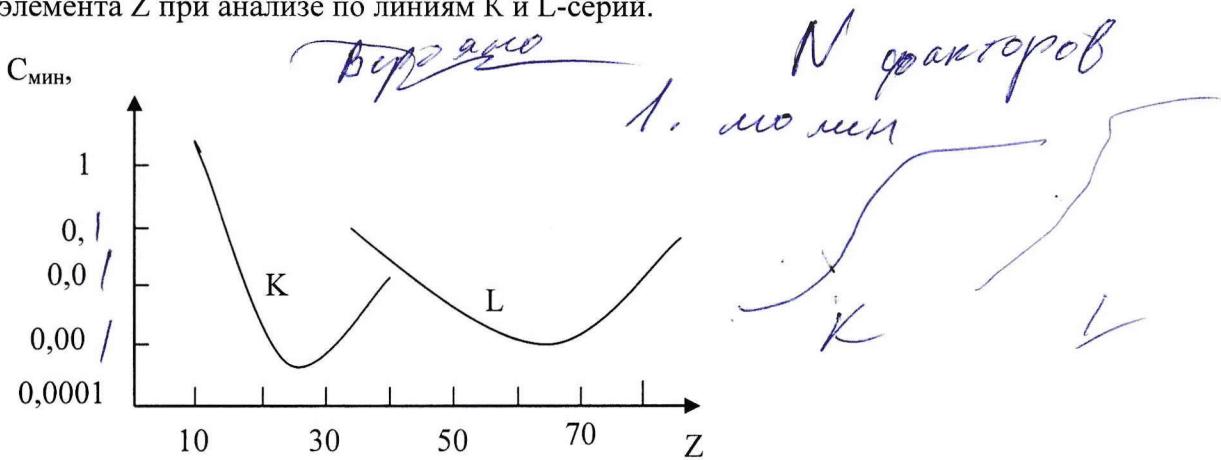


Рисунок 3 – Зависимость предела обнаружения C_{\min} от атомного номера элемента Z при анализе по линиям K и L-серий [14].

2.2.3 Генерация рентгеновского излучения

Генерация рентгеновского излучения является результатом неупругого взаимодействия между электронами и образцом. Рентгеновское излучение появляется в результате двух главных процессов: эмиссии характеристического излучения и эмиссии фонового, или тормозного излучения.

Эмиссия фотонов рентгеновского излучения фона – тормозного излучения – проявляется, когда электрон падающего пучка испытывает торможение в электрическом поле атома. Электроны, взаимодействуя с отдельными атомами мишени, теряют разное количество энергии. Энергия таких фотонов имеет непрерывное распределение от нуля до величины ускоряющего напряжения электронного зонда, т.е. испускаемый при этом спектр имеет непрерывный характер.

Когда электрон высокой энергии взаимодействует с атомом, он может выбить один из электронов внутренней оболочки. В результате атом перейдет в ионизированное, или возбужденное состояние, с вакансией в оболочке. Переход в нормальное состояние происходит, когда один из электронов внешней оболочки заполняет данную вакансию,

что сопровождается изменением его энергии, а величина изменения определяется уникальной для каждого химического элемента электронной структурой атома.

Для генерирования рентгеновского излучения применяют рентгеновские трубы, в которых излучение возникает при взаимодействии быстрых электронов с атомами вещества анода. Различают рентгеновское излучение двух видов: тормозное и характеристическое. Тормозное рентгеновское излучение, имеющее сплошной спектр, подобно обычному белому свету. Распределение интенсивности в зависимости от длины волны представляется кривой с максимумом. В сторону длинных волн кривая спадает полого, а в сторону коротких – круто и обрывается при определенной длине волны (λ_0), называемой коротковолновой границей сплошного спектра. Величина λ_0 обратно пропорциональна напряжению на трубке. Тормозное излучение возникает при взаимодействии быстрых электронов с ядрами атомов. Интенсивность тормозного излучения прямо пропорциональна силе анодного тока, квадрату напряжения на трубке и атомному номеру (Z) вещества анода. Если энергия ускоренных в рентгеновской трубке электронов превосходит критическую для вещества анода величину (эта энергия определяется критическим для этого вещества напряжением на трубке V_{kp}), то возникает характеристическое излучение. Характеристический спектр – линейчатый, его спектральные линии образуют серии, обозначаемые буквами K, L, M, N. Серия K – самая коротковолновая, серия L – более длинноволновая, серий M и N наблюдаются только у тяжелых элементов. Характеристическое излучение возникает следующим образом. Быстрые электроны выбивают атомные электроны из внутренних оболочек. Атом возбуждается, а затем возвращается в основное состояние. При этом электроны из внешних, менее связанных оболочек заполняют освободившиеся во внутренних оболочках места, и излучаются фотоны характеристического излучения с энергией, равной разности энергий атома в возбужденном и основном состоянии. Эта разность (а, следовательно, и энергия фотона) имеет определенное значение, характерное для каждого элемента. Это явление лежит в основе рентгеноспектрального анализа элементов. Энергия ускоренных в рентгеновской трубке электронов преобразуется почти целиком в тепловую (анод при этом сильно нагревается), лишь незначительная часть (около 1% при напряжении, близком к 100 кВ) превращается в энергию тормозного излучения.

Первичное рентгеновское излучение, выходящее из трубы, расходящимся пучком падает на исследуемый образец, который располагают под некоторым углом к оси пучка. Образец испускает вторичное рентгеновское излучение в различных направлениях. Некоторая его доля попадает в первый коллиматор, состоящий из параллельных

Существуют два основных типа взаимодействия рентгеновского излучения с веществом: рассеяние и фотоэффект. При рассеянии направление движения фотона изменяется. При фотоэффекте фотон поглощается.

1 Когерентное (упругое) рассеяние происходит тогда, когда энергия рентгеновского фотона недостаточна для внутренней ионизации атома (выбивания электрона с одной из внутренних оболочек). При этом изменяется направление движения фотона, а его энергия и длина волны не изменяются (поэтому это рассеяние и называется упругим).

2 Некогерентное (комptonовское) рассеяние происходит тогда, когда энергия фотона намного больше энергии внутренней ионизации A_i : $h\nu > A_i$.

При этом электрон отрывается от атома и приобретает некоторую кинетическую энергию E_k . Направление движения фотона при комptonовском рассеянии изменяется, а его энергия уменьшается:

Комptonовское рассеяние связано с ионизацией атомов вещества.

3 Фотоэффект имеет место тогда, когда энергия фотона $h\nu$ достаточна для ионизации атома: $h\nu > A_i$. При этом рентгеновский квант поглощается, а его энергия расходуется на ионизацию атома и сообщение кинетической энергии выбитому электрону $E_k = h\nu - A_i$.

Поглощение происходит в результате фотопоглощения (фотоэффекта) и комptonовского рассеяния:

Под фотопоглощением понимается процесс выбивания фотоном электрона из оболочки атома, для чего требуется, чтобы энергия фотона была больше некоторого минимального значения. Если рассматривать вероятность акта поглощения в зависимости от энергии фотона, то при достижении определённой энергии она (вероятность) резко возрастает до своего максимального значения. Для более высоких значений энергии вероятность непрерывно уменьшается. По причине такой зависимости говорят, что существует граница поглощения. Место выбитого при акте поглощения электрона занимает другой электрон, при этом испускается излучение с меньшей энергией фотона, происходит т.н. процесс флуоресценции.

Рентгеновский фотон может взаимодействовать не только со связанными электронами, но и со свободными, а также слабосвязанными электронами. Происходит рассеяние фотонов на электронах – т.н. комptonовское рассеяние. В зависимости от угла рассеяния, длина волны фотона увеличивается на определённую величину и, соответственно, энергия уменьшается. Комptonовское рассеяние, по сравнению с фотопоглощением, становится преобладающим при более высоких энергиях фотона.

Поскольку рентгеновские спектры значительно проще оптических, ошибок в анализе за счет наложения линий не приходится опасаться. Однако на интенсивность аналитических сигналов влияет состав пробы, ее однородность, степень зернения и поглощение излучения элементами-спутниками [10].

2.2.4 Аппаратура для рентгенофлуоресцентного анализа

2.2.4.1 Волнодисперсионные спектрометры

Рентгенофлуоресцентные спектрометры, в которых выделение характеристического излучения происходит с помощью кристаллов-монохроматоров называются "волнодисперсионными", или ВД РФС (WDXRF). В свою очередь, ВД РФ-спектрометры делятся на спектрометры последовательного и параллельного (квантометры) типа.

В отличие от метода энергодисперсионного спектрометра, волнодисперсионный спектрометр подсчитывает электроны от одной длины волны, не анализируя широкий спектр длин волн или энергий. Это означает, что элемент должен быть известен, чтобы возможно было найти кристалл, способный его правильно дифрагировать [11].

2.2.4.2 Энергодисперсионные спектрометры

Работа спектрометра основана на возбуждении характеристического рентгеновского излучения атомов элементов, содержащихся в анализируемом образце, и регистрации вторичного флуоресцентного излучения полупроводниковым детектором. Автоматически идентифицируются спектральные линии, соответствующие содержащимся в образце элементам, и определяются интенсивности этих линий. При этом интенсивность линий пропорциональна концентрации элемента.

Преимущества ЭД-спектрометров:

- значительно меньшая стоимость, по сравнению с волнодисперсионными РФ-спектрометрами,
- компактность, удобство, простота, возможность изготовления настольных и портативных версий,
- точность и чувствительность при измерении тяжелых элементов (особенно для редкоземельных металлов) не хуже, чем на волнодисперсионных РФ-спектрометрах (и даже лучше – в случае измерений прибором Epsilon5 фирмы Panalytical тяжелых элементов в легких матрицах) [11].

3 Пробоподготовка для рентгенофлуоресцентного анализа

Среди методов аналитического контроля состава материалов ведущее место занимают инструментальные методы (электрохимические, спектральные, ядерные). В большинстве из них измерение аналитического сигнала происходит лишь на заключительной стадии анализа, хотя последний включает наряду с этой стадией также предварительную химическую подготовку проб, а именно вскрытие пробы (то есть ее разложение), разделение и концентрирование определяемых элементов. Стадия предварительной химической подготовки проб – одна из наиболее трудных, длительных и ответственных стадий всего анализа в целом.

В большинстве случаев вскрытие пробы сводится к переведению ее в раствор. Получение раствора анализируемого объекта необходимо для последующего количественного определения элементов не только химическими и физико-химическими методами анализа, но и в ряде случаев физическими методами (например рентгенофлуоресцентный анализ).

Целью разложения пробы материала для последующего анализа является переведение ее в состояние (преимущественно в раствор), обеспечивающее количественное определение соответствующих компонентов. Получить раствор анализируемой пробы твердого вещества можно, разложив пробу «мокрым» (разложение растворами кислот, солей и щелочей) и «сухим» (разложение при помощи сплавления или спекания с различными плавнями) способами, а также путем использования некоторых специальных методов [6].

Преимущества

3.1 «Сухие» способы разложения

Раскрыть – Дополнение

принцип

Зачем нам сплавление?

В тех случаях, когда растворение не приводит к достаточному для проведения анализа разложению материала, применяют сплавление пробы с соответствующими плавнями. Сплавление, протекающее при высокой температуре, является глубоким и весьма энергичным средством воздействия на структуру анализируемого материала. При сплавлении происходят сложные процессы, зависящие как от состава сплавляемого материала, так и от температуры.

Большая эффективность разложения сплавлением по сравнению с разложением «мокрым» путем объясняется использованием при сплавлении более высоких температур, при которых гетерогенные реакции происходят значительно быстрее. Скорость

3.1.1 Сплавление со щелочными плавнями (сплавление с боратами)

Эффективным неокисляющим плавнем, применяемым для вскрытия трудноразлагаемых материалов, главным образом окисленного сырья (хромита, корунда, бадделита, рутила, гематита Fe_2O_3 , циркона, слюд, турмалинов), является тетраборат натрия (бура) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (температура плавления 878°C). Сплавление проводят в платиновом, фарфоровом, кварцевом, серебряном, графитовом тигле с 14-кратным количеством плавня при температуре 1000-1200°C. По охлаждении плав растворяют в разбавленных кислотах и борную кислоту удаляют нагреванием с метанолом.

Значительно чаще для разрушения минерального сырья используют различные смеси буры с карбонатом натрия, а также с триоксидом бора B_2O_3 или борной кислотой H_3BO_3 .

Разложение более стойких минералов проводят сплавлением пробы с тетраборатом лития $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ (температура плавления 917°C) или метаборатом лития LiBO_2 (температура плавления 849°C), или со смесью этих солей при 800°C в платиновых тиглях, тиглях из стеклоуглерода, кварца, фарфора или сплава платины с золотом. Иногда применяют тигли из золота, графита или карбида бора B_6C . Базальты и глины вскрывают сплавлением пробы с метаборатом лития в графитовом тигле при 950°C в течении 14 минут [6].

Вывод и постановка задачи

Большинство используемых методов аналитического контроля апатитовых концентратов являются трудоемкими и длительными для осуществления оперативного контроля состава материала, поскольку проведение анализа, как правило, требует предварительной подготовки проб, то есть большинство методов трудоёмки, длительны и дорогостоящи. Нельзя не отметить, что разложение сплавлением в сочетании с методом рентгенофлуоресцентного анализа является одним из наиболее распространенных и часто наиболее удобным методом вскрытия пробы, так как позволяет полученный однородный плав использовать непосредственно в качестве излучателя. В связи с этим, задачей последующей работы является ~~разработка методики~~ ^{разработка методики} пробоподготовка для ~~анализа~~ ^{анализа} метода рентгенофлуоресцентного определения основных компонентов апатито-таffелитовых концентратов.



Перенесите:
Введение и теорию

Напишите часть в которой
рассматривается апатитовый концентрат
в течении времени сплавление

Выбор условий сплавления
апатитового концентрата

Теория - всё это в монографии
Katherina e другие

Claisse производила некий

Флюс, разложение

Апатит - по времени