

п 2815
45/87
45/87



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГОСУДАРСТВЕННОМ КОМИТЕТЕ СССР ПО НАУКЕ И ТЕХНИКЕ
(ГОСКОМИЗОБРЕТЕНИЙ)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

№ 1608466

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР, Госкомизобретений выдал настоящее свидетельство на изобретение:

"Способ подготовки литохимических проб к рентгенорадиометрическому анализу"

Заявитель: ЛЕНИНГРАДСКИЙ ГОРНЫЙ ИНСТИТУТ ИМ. Г. В. ПЛЕХАНОВА

Автор (авторы): Шемякин Владимир Николаевич, Козында Юрий
Осипович, Абрамов Владимир Юрьевич и Прошкин Георгий
Владимирович

Заявка № 4459587 Приоритет изобретения 12 июля 1988г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Союза ССР

22 июля 1990г.

Председатель Комитета

Начальник отдела

Ю. В. Плеханов
Зинин



6x27/58
8.2.91.



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1608466 A1

(51)5 G 01 N 1/28

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

- (21) 4459587/31-25
(22) 12.07.88
(46) 23.11.90. Бюл. № 43
(71) Ленинградский горный институт
им. Г.В.Плеханова
(72) В.Н.Шемякин, Ю.О.Козында, В.Ю.Абра-
мов и Г.В.Прошкин
(53) 543.05 (088.8)
(56) Лобанов Ф.И. Химико-рентгенофлуорес-
центный анализ: - Заводская лаборатория,
1981, т.47, № 10, с.1-11.

Авторское свидетельство СССР
№ 1502978, кл. G 01 N 1/28, 1987.
(54) СПОСОБ ПОДГОТОВКИ ЛИТОХИМИ-
ЧЕСКИХ ПРОБ К РЕНТГЕНРАДИОМЕТ-
РИЧЕСКОМУ АНАЛИЗУ
(57) Изобретение относится к способам про-
боподготовки. Цель изобретения - повыше-

2

ние чувствительности и точности анализа. Пробу высушивают, ситуют до размера зер-
нен не более 2 мм, обрабатывают, последо-
вательно добавляя к пробе
дистиллированную воду, серную кислоту,
фторид аммония и йодид калия при следую-
щем соотношении количеств добавляемых
компонентов, мас. %: серная кислота 37,41-
42,52; фторид аммония 0,24-0,36; йодид ка-
лия 0,24-0,36; вода - остальное, и общем
объеме этих компонентов 15-17 мл на 10 г
навески пробы. Отфильтровывают осадок,
после чего добавляют 0,152-0,304 г хлорида
железа (III) и гидроксид натрия до полного
выпадения в осадок гидроксида железа (III).
Отфильтровывают осадок, высушивают его,
истирают в агатовой ступке и помещают на
полипропиленовую пленку.

Изобретение относится к способам про-
боподготовки и может быть использовано в
рентгенорадиометрическом анализе (РРА).

Цель изобретения - повышение чувст-
вительности и точности анализа.

Отбирают по профилям пробы рыхлых
отложений, высушивают их и методом сито-
вания выделяют фракцию менее 2 мм. Из
выделенных фракций берут навеску и поме-
щают ее в колбу. Смачивают навеску дистил-
лированной водой и затем при
перемешивании добавляют концентриро-
ванную серную кислоту. При помощи мер-
ной пипетки вводят смешанный раствор
фторида аммония и йодида калия. Содержи-
мое колб тщательно перемешивают, закры-
вают пробками и оставляют на сутки.

Далее в колбы добавляют дистиллиро-
ванную воду, содержимое тщательно пере-
мешивают и кислый раствор отделяют от

нерастворившегося минерального осадка
фильтрацией через фильтр "красная лента"
в химический стакан.

Сернокислотную вытяжку с добавкой
фторид- и йодид-ионов осуществляют в сле-
дующем соотношении количеств добавляе-
мых компонентов, мас. %:

Серная кислота	37,41 - 42,52
Фторид аммония	0,24 - 0,36
Йодид калия	0,24-0,36
Вода	Остальное

и общем объеме добавляемых компонент
15-17 мл на 10 г пробы.

В фильтрат вводят 152-304 мл одноно-
рмального раствора хлорида железа (III) и
раствор тщательно перемешивают. При ин-
тенсивном перемешивании в стакан добав-
ляют гидроксид натрия в виде гранул в
количестве, определяемом из условия выпадения гидроксида железа (III) в осадок.

(19) SU (11) 1608466 A1

Выпавший осадок гидроксида железа (III) отделяют от раствора фильтрацией через фильтр "красная лента". Осадок на фильтре промывают водой. Фильтры с осадками гидроксида железа (III) высушивают при комнатной температуре. Осадок сухого коллектора, легко отстающего от фильтра, помещают в агатовую ступку, истирают до состояния пудры и помещают на полипропиленовую пленку.

При проведении сернокислотной вытяжки добавление фторид-ионов способствует разрушению арсенатов и других соединений анионогенных элементов-индикаторов железа (III) и алюминия, в то же время способствует связыванию ионов железа (III) и алюминия в малорастворимые фториды, не создавая в вытяжке высоких концентраций этих элементов. Иодид-ионы способствуют разрушению арсенитов различных элементов, переводя их в мышьяковистую кислоту. Образовавшийся в результате этих процессов элементный иод при осаждении железа (III) в виде гидроксида действием гидроксида натрия выполняет роль окислителя железа (II) и мышьяка (III), что способствует полному соосаждению последнего с коллектором.

Рентгенорадиометрические измерения коллектора массой 100–200 мг, выделенного из пробы рыхлых отложений массой 10 г, позволили повысить контрастность измерений по сравнению с данными по необработанным пробам в 5 раз за счет снижения фона рассеянного излучения от коллектора, размещенного в виде пятна диаметром около 10 мм на полипропиленовой пленке толщиной 5 мкм.

Образование раствора серной кислоты происходит путем последовательного введения в пробу дистиллированной воды и концентрированной серной кислоты. При таком способе образования раствора серной кислоты наблюдается значительный тепловой эффект, который способствует более полному растворению элементов-индикаторов. Добавка в кислоту фторид- и йодид-ионов способствует разложению многих соединений алюминия, железа, марганца, кальция, цинка и др., связывающих во вторичных ореолах анионогенные элементы-индикаторы, например мышьяк. Эти добавки способствуют переводу мышьяка и других элементов-индикаторов в кислотную вытяжку. Использование в качестве коллектора гидроксида железа (III) обеспечивает выделение элементов-индикаторов на инертной основе, характеристическое излучение которой не мешает рентгенорадиометрическому определению их. Кроме того,

выделение элементов-индикаторов на коллекторе $\text{Fe}(\text{OH})_3$ позволяет сконцентрировать и равномерно распределить анализируемые элементы на полимерной основе для рентгенорадиометрического анализа, а малая масса коллектора позволяет существенно уменьшить фон рассеянного излучения в области аналитических линий элементов. Использование в качестве коллектора $\text{Fe}(\text{OH})_3$ обусловлено следующими причинами: при проведении кислотных вытяжек из литохимических проб раствор всегда будет содержать некоторое количество железа, которое в дальнейшем соосаждается вместе со специально вводимым железом; гидроксид железа является универсальным коллектором; гидроксид железа (III) выделяется из раствора в виде грубодисперсного осадка, легко отделяющегося от раствора фильтрацией через пористый фильтр "красная лента"; коллектор, подготовленный для РРА, устойчив во времени по химическому составу и, следовательно, может быть многократно использован для РРА как в полевых, так и стационарных условиях.

Выбор количества компонентов смеси в расчете на 10 г пробы, мас. %: серная кислота 37,41–42,52; фторид аммония 0,24–0,36; йодид калия 0,24–0,36; остальное – вода, основывался на способности смеси максимально из пробы элементы. При концентрациях серной кислоты, фторида аммония и йодида калия меньших соответственно 37,41, 0,24 и 0,24% не достигается максимально возможное извлечение элементов-индикаторов из проб.

При концентрациях серной кислоты, фторида аммония, йодида калия и воды, соответствующих верхнему пределу состава смеси и выше его, степень извлечения элементов-индикаторов одинакова, следовательно, введение избытка реагентов сверх предельной концентрации нерационально. Способ опробован при проведении анализа литохимических проб.

Отбрали пробу рыхлых отложений, высушили и методом ситования выделили фракцию менее 2 мм. На технических весах взяли три навески массой по 10 г и поместили их в конические колбы объемом по 100 мл. Каждую навеску смочили 10 мл дистиллированной воды и затем при помешивании добавили в каждую колбу концентрированную серную кислоту и смешанный раствор фторида аммония и йодида калия: в одну колбу 4 мл концентрированной серной кислоты (37,41%) и 1 мл раствора фторида аммония и йодида калия концентрации по 44 г/л каждого (по 0,24% от состава воздейст-

вующего раствора); в другую колбу 5 мл концентрированной серной кислоты (40,51%) и 2 мл раствора фторида аммония и йодида калия концентрации по 31,5 г/л каждого (по 0,30% от состава воздействующего раствора); в третью колбу 5 мл концентрированной серной кислоты (42,52%) и 1 мл раствора фторида аммония и йодида калия концентрации 73 г/л каждого (по 0,36% от состава воздействующего раствора).

Содержимое колб тщательно перемешали, закрыли пробками и оставили на сутки. В каждую колбу добавили по 75 мл дистиллированной воды, содержимое тщательно перемешали и растворы отделили фильтрацией в химический стакан. В фильтрат из первой колбы ввели 152 мг хлорида железа (III), во второй фильтрат ввели 200 мг и в третий фильтрат — 304 мг той же соли.

При интенсивном перемешивании в каждый стакан добавляли по гранулам гидроксид натрия до полного выделения гидроксида железа (III). Выпавший осадок гидроксида железа (III) отделили от раствора фильтрацией, используя фильтр "красная лента" диаметром 9 см. Осадки на фильтрах промыли дистиллированной водой объемом 20–30 мл.

Фильтры с осадками гидроксида железа (III) высушили при комнатной температуре. Каждый осадок сухого коллектора отделили от фильтра в агатовую ступку, истерли до состояния пудры и поместили в пакетики из кальки. Подготовленные таким путем концентраты при помощи конической воронки, обрезанной у основания так, чтобы выходное отверстие было диаметром 10 мм, помещали на полипропиленовую пленку толщиной 5 мкм в виде пятна.

Пленку с пробой устанавливали на зондовое устройство рентгенорадиометрического анализатора и проводили измерения спектрального отношения. Полученные величины спектральных отношений составили 1,79, 1,83 и 1,81, что соответствует содержаниям мышьяка 0,0290, 0,0302 и 0,0295%, определенным с помощью градуировочного графика.

5 10 Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ подготовки литохимических проб к рентгенорадиометрическому анализу, включающий высушивание проб, ситование их до размера зерен не более 2 мм и концентрирование определяемых элементов путем обработки химическими реактивами, отличающийся тем, что, с целью повышения чувствительности и точности анализа, для концентрирования элементов обрабатывают навеску пробы, последовательно добавляя к ней дистиллированную воду, серную кислоту, фторид аммония и иодид калия при следующем соотношении количеств добавляемых компонентов, мас. %:

Серная кислота	37,41 – 42,52
Фторид аммония	0,24 – 0,36
Иодид калия	0,24 – 0,36
Дистиллированная вода	Остальное

30 и общем объеме этих компонентов 15–17 мл на 10 г навески пробы, отфильтровывают осадок, после чего в фильтрат добавляют 0,152–0,304 г хлорида железа (III) и гидроксид натрия в количестве, определяемом из условия полного выпадения в осадок гидроксида железа (III), отфильтровывают осадок, высушивают его, истирают в агатовой ступке и помещают на полипропиленовую пленку.

Редактор Е. Папп

Составитель А. Колесников

Техред М. Моргентал

Корректор С. Шекмар

Заказ 3608

Тираж 496

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101