

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ РАЗЛОЖЕНИЯ СУРЬМАСОДЕРЖАЩИХ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ

Троеглазова А.В.

ФГБОУ ВО Сибирский государственный университет геосистем и технологий,
Новосибирск, Россия

a.v.troeglazova@sgugit.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_197

Одной из наиболее вредных примесей в металлургических образцах является сурьма, поэтому контроль ее содержания необходимо осуществлять на всех стадиях технологического процесса.

Цель настоящей работы заключается в установлении оптимальных условий разложения металлургических образцов для количественного перевода сурьмы из твердой фазы в раствор.

В качестве объектов для исследования применяли медный концентрат, металлургический шлак и пыль медного производства. Исследуемые образцы предварительно измельчали в шаровой мельнице PULVERISETTE 6 до частиц размером $(0,10 \pm 0,01)$ мм, высушивали в сушильном электрошкафу СНОЛ-3,5.3,5.3,5/3,5-И5М при температуре (105 ± 5) °С до постоянной массы. Разложение образцов осуществляли путем сплавления. Концентрацию сурьмы в растворах, полученных после разложения исследуемых образцов, определяли методом АЭС-ИСП на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой SpectroArcos при длине волны 206,833 нм.

Для установления оптимальных параметров извлечения сурьмы из твердой фазы исследуемых образцов в раствор применяли метод четырехфакторного вероятностно-детерминированного планирования эксперимента при варьировании массы навески, температуры сплавления, времени контакта фаз и доли реагента в смеси.

Коэффициенты регрессии оценивали методом наименьших квадратов и методом Крамера, рассчитанные значения коэффициентов корреляции R и его значимость в виде коэффициента Стьюдента t_R представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Коэффициент корреляции R и его значимость t_R для частных функций

Фактор	О-1		О-2		О-3	
	R	t_R	R	t_R	R	t_R
$m_{нав}, г$	0,9349	3,72	0,9473	4,18	0,9486	4,69
$t, °C$	0,9752	6,24	0,9663	5,31	0,6501	1,47
$\phi, мин$	0,9746	6,15	0,9563	4,63	0,6877	1,60
доля реагента в смеси, %	0,9624	5,01	0,9535	4,48	0,9098	3,45

По превышению значения t_R критической величины (2,030) для образцов О-1 и О-2 можно сделать вывод о значимости влияния всех четырех рассматриваемых факторов на степень извлечения сурьмы из твердой фазы в раствор путем спекания. При исследовании спекания образца О-3 установлено значимое влияние на степень извлечения аналита только двух факторов – массы навески и доли реагента в смеси (таблица 5).

На основании полученных результатов, представленных в таблице 3, были выбраны оптимальные условия спекания, позволяющие проводить количественное извлечение сурьмы (не ниже 96 %): масса навески 0,1 г; температура сплавления 900 °С, длительность сплавления 60 мин, доля реагента в смеси 75 %.

Полученные результаты использовали для разработки методики выполнения измерений массовых долей сурьмы в металлургических образцах методом АЭС-ИСП в концентрационном диапазоне содержания аналита от 0,010 % масс. до 5,0 % масс.