

IMPROVING THE METHODOLOGY FOR DETERMINING SMALL CONCENTRATIONS OF ZIRCONIUM
AND GERMANIUM IN METALLURGICAL OBJECTS BY SPECTROPHOTOMETRIC METHOD

*Астаніна О.А., студентка, Великонська Н.М., асистент,
НМетАУ, Дніпропетровськ*

Astanina O., student, Velikonskaya N., assistant, NMetAU, Dnepropetrovsk

При вивченні розподілу цирконію та германію в процесі виробництва чавуну і стали було відзначено, що при агломерації руди переважна частина цих металів залишається в агломераті. В доменну плавку з агломератом поступає 70-95% і з коксом 5-30% германію. За рахунок пиловиносу у колошниковий пил потрапляє біля 6% германію [1,2]. Для раціонального використання відходів і супутніх продуктів металургійного виробництва важливо мати достатньо чутливі методи кількісного визначення металів. В аналізі матеріалів, що містять германій та цирконій, проблемними залишаються чутливість і селективність реактиву, який використовують [3].

З метою підвищення чутливості фотометричного визначення кількісного вмісту металів у пилу металургійних заводів та залізвмісних промислових розчинах вивчали утворення забарвлених стійких комплексних сполук Me – фенілфлуорон – гетероциклічна поверхнево – активна речовина. Використовували неіоногенні (ОС-20, АЛМ-10) та катіоногенні ПАР (цетілпіридіній хлористий). Встановили, що перелічені ПАР стабілізують фотометричні властивості комплексу, беруть участь в утворенні комплексу, значно підвищують чутливість і точність аналізу, збільшують селективність визначення.

Було встановлено склад комплексних сполук, що утворюються. При цьому молярний коефіцієнт абсорбції збільшується в 2,5 рази, досягаючи для германію $1,5 \cdot 10^5$. Розширюються межі кислотності від 5n HCl до pH3 (для звичайного комплексу всього 1,5-1n HCl). Максимальне забарвлення комплекс досягає за 5 - 10 хвилин і залишається стійким більше доби (без ПАР забарвлення досягається через 15-25 хвилин і триває від 45хвилин до 4 годин). Можливість утворення комплексів в більш кислих середовищах і велика стійкість комплексу збільшили селективність аналізу, що дозволило відмовитись для деяких об'єктів від попередньої трудомісткої і тривалої за часом операції відділення германію відгонкою [3].

При вивченні співвідношення Me – R – ПАР встановили, що концентрація ПАР у розчині повинна перевищувати критичну концентрацію міцелоутворення, при цьому збільшується, в порівнянні з раніш встановленим [4], кількість молекул реактиву у співвідношенні Ge:R=1:4.

В ході досліджень визначили добуток розчинності сполук, що утворюються, яке складає $5 - 2 \cdot 10^{-26}$. Співвідношення Me:ПАВ не встановлено. Максимальне значення досягається при концентрації ПАР, що дорівнює ККМ [5,6].

Підпорядкованість оптичному закону лежить в межах концентрацій Me 0,05 – 0,7 мкг/мл. Розроблена та апробована методика аналізу малих концентрацій германію та цирконію у промислових зразках гірничо – збагачувального комбінату, проведена статистична обробка отриманих результатів ($P = 0,95$; $n = 5$) зразків, що містять 0,003% Me, встановлено $0,003 \pm 0,0012$; $S = 4,51 \cdot 10^{-4}$ [6].

Список літератури

1. Зелікман А. Н. Металургія рідкісних металів [Текст]: учебный. посібник для вузів / А. Н. Зелікман, Б. Г. Коршунов. - [2-ге вид., перероб. і доп.]. - М. : Металургія, 1991. - 432 с.
2. Тригубенко В. В. Вилучення галію і германію із залізвмісної сировини і продуктів його переробу [Текст] / В. В. Тригубенко, Л. Б. Зубков, Л.Г. Матюшев. - // Чорна металургія. – 2003. – 11. – С.65 – 71. – Бібліогр.: 5 назв.
3. Назаренко В. А. Триоксилфлуорони [Текст] / В.А. Назаренко, В.П. Антонович. – М. : Наука, 1973. – 182 с.
4. Сидзё Йосно, Такеути Цуто (Shijo Y., Takeuchi Ts.). Улучшенный метод спектрофотометрического определения германия с помощью фенилфлуорона // Japan Analyst.-167-Vol.16, - №1, - P.51-54; РЖХ 1967. – 20Г56.
5. Антонович В.П., Магджагалидзе О.В., Новоселова М.М. Применение поверхностно – активных веществ в фотометрических методах анализа. – Тбилиси: изд-во Тбилиского ун-та. – 1983. – С.25-31.
6. Великонська Н.М. Вивчення і аналітичне застосування реакцій взаємодії германію з фенілфлуороном присутності поверхнево – активних речовин [Текст] / Н.М.Великонська, В.В.Величко, Л.В.Камкіна. - // Вопросы химии и химической технологии. – 2009. – 3. – С.122 – 124. – Бібліогр.: 9 назв.