

МИКРОВОЛНОВАЯ ПРОБОПОДГОТОВКА В АНАЛИЗЕ ВТОРИЧНОГО ВОЛЬФРАМСОДЕЖАЩЕГО СЫРЬЯ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫМ МЕТОДОМ

Вячеславов А.В.^а, Ермолаева Т.Н.^б

^а НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей»,
191015, Санкт-Петербург, ул. Шпалерная, 49
e-mail: avyachseslavov@icloud.com

^б Липецкий государственный технический университет, 398600, Липецк, ул. Московская, 30

Область применения вольфрама в промышленности чрезвычайно разнообразна. За последние 20 лет вольфрам перешел в разряд остродефицитных материалов. Получение вольфрама из отходов всегда было важной составляющей отечественного рынка сырья. Вторичное вольфрамсодержащее сырье (ВВС) – представляет собой отходы при производстве изделий из металлического вольфрама и его сплавов, твердых сплавов.

Сложность аналитического контроля ВВС объясняется его многокомпонентностью, нестехиометричностью и высокой неоднородностью, отсутствием стандартных образцов состава, а также присутствием целевых компонентов в широком интервале концентраций.

Разработана методика определения *Ti, V, Cr, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ta, W* в ВВС методом РФА после автоклавной микроволновой пробоподготовки. Растворение проб проводили в микроволновой системе «SpeedWave four» (Berghof, Германия).

Оптимизирован состав реакционной смеси, температурно-временные режимы пробоподготовки. Полное разложение пробы достигается в 8 мл смеси концентрированных $\text{HCl} + \text{HNO}_3$ (3:1) и 1,2 г NH_4F , при двухступенчатом нагреве до 210°C и выдержке при максимальной температуре в течение 15 мин. Общая продолжительность микроволнового разложения составляет 24 мин. Анализ выполняли на волнодисперсионном спектрометре «LabCenter XRF-1800» (Shimadzu, Япония). Градуировку осуществляли по модельным градуировочным растворам, нанесенным на излучатели из фильтровальной бумаги. Правильность определения аналитов подтверждена сопоставлением с данными, полученными методом АЭС-ИСП. Статистическая обработка результатов подтвердила отсутствие систематической погрешности методики. Методика апробирована на промышленных образцах ВВС и характеризуется высокой воспроизводимостью ($s_r \leq 0,05$).