

МИНЕРАЛОГИЯ

Л. Н. ИНДИЧЕНКО

**К МЕТОДИКЕ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА СУЛЬФИДНЫХ
И ОКИСНЫХ (ЖЕЛЕЗНЫХ И МАРГАНЦЕВЫХ) РУД**

(Представлено академиком Д. С. Белянкиным 25 XII 1947)

В практике спектрального анализа руд и минералов при помощи вольтовой дуги постоянного тока наблюдается много явлений, затрудняющих ведение как полного качественного, так и количественного определения элементов. Одним из них является то обстоятельство, что при съемке сульфидных минералов и руд (как пириты, пирротины, халькопириты и др.) и ряда окисных руд (гематиты, магнетиты, лимониты и руды марганца) происходит весьма быстрое разбрызгивание сплава, часто даже полное выбрасывание его из кратера электрода. Вполне естественно, что это явление не дает возможности производить точный количественный или качественный анализ.

Чтобы компенсировать разбрызганный или выброшенный сплав, обычно прибегают к неоднократному добавлению вещества в угольный электрод. Однако это приводит к усилению на спектрограмме линий легколетучих компонентов, как As, Zn, Ag, Sn, Bi и др., в то время как спектр тугоплавких элементов, как Be, Co, Ti, Ta, Nb, Zr и др., получается бедным, так как полного сгорания последних в указанных типах руд добиться не удается.

Во избежание такого искажения в спектрограмме, в течение ряда лет прибегают к предварительному смешиванию сульфидных и окисных руд с сернокислым натрием ⁽¹⁾. Это создает более спокойные условия горения вольтовой дуги и предохраняет материал от выбрасывания, но вследствие введения добавочных компонентов в анализируемую пробу меняется режим горения дуги, что оказывает неодинаковое влияние на сгорание различных элементов. Линии одних элементов на спектрограмме усиливаются, других, наоборот, значительно ослабляются, порой же (в случае малых содержаний) не появляются совсем. Не исключена возможность, что такая картина получается вследствие разубоживания пробы. Кроме того, предварительное смешивание усложняет и замедляет подготовительную стадию анализа.

Введенный ныне в практику спектрального анализа электрод с крышечкой, предложенный С. А. Боровик ⁽²⁾ для некоторых типов минерального сырья, дает значительно большую чувствительность легколетучих компонентов и ряд других преимуществ. Но этот прием не дает желаемого результата для отмеченных выше типов руд, так как сплав их все же выбрасывается из кратера электрода после сгорания крышечки.

Все это заставило искать новые пути для ведения анализа сульфидных и окисных (железных и марганцевых) руд, и после ряда экспериментов удалось найти прием, позволяющий вести анализ более просто и точно.

Этот прием заключается в некотором видоизменении нижнего угольного электрода. При изготовлении последнего вначале, как обычно, про-

сверливается кратер диаметром до 3 мм и глубиной 8—10 мм, затем тонким сверлом (диаметр до 1 мм) просверливаются сквозные отверстия в его стенках. Такие отверстия (числом 10—12) могут быть расположены в различных направлениях, важно лишь, чтобы нижние отверстия находились близ дна кратера, а верхние — на 3—4 мм ниже краевой его части.

Исследуемый материал насыпается в кратер так, чтобы верхние отверстия не были прикрыты им. Съемка производится примерно как и при обычном электроде: экспозиция с отрицательным полюсом 2—3 мин., с положительным — до полного сгорания.

При соблюдении всех указанных условий получается более спокойное горение дуги и материал из кратера не выбрасывается.

Неоднократные сравнения результатов съемки, произведенной описанным способом и с помощью обычного электрода, показали, что в первом случае улавливаются незначительные примеси элементов, которые при съемке проб обычным путем или разбавленных с серноокислым натрием не устанавливаются. Вместе с тем получается более богатый спектр тугоплавких компонентов.

Проверка предлагаемого метода на тугоплавкие элементы производилась на искусственных смесях магнетита, гематита и пирита с пироксеном и цирконом.

Съемка производилась четырьмя способами: 1) обычным способом, 2) обычным способом с добавлением после выбрасывания, 3) путем смешения с серноокислым натрием, 4) новым приемом. Во всех случаях в кратер электрода вводилась одинаковая навеска.

Для иллюстрации преимуществ предлагаемого приема приведем результаты анализа (табл. 1).

Таблица 1

Способ съемки	Линия Nb	Линия Zr	Линия Ni	Линия Co				
Магнетит								
1. Обычный	Слаб.	1,7	Средн.	5,6	Оч. слаб.	1,2	—	—
2. Обычный с добавлением	»	1,8	»	5,8	»	»	1,2	—
3. Проба, смешанная с Na ₂ SO ₄	Средн.	2,2	Выше средн.	6,6	Слаб.	1,8	—	—
4. Новый прием	Выше средн.	3,9	Сильн.	8,9	Средн.	2,8	—	—
Гематит								
1. Обычный	Следы	1,2	Следы	2,7	—	—	—	—
2. Обычный с добавлением	»	1,2	»	1,7	—	—	—	—
3. Проба, смешанная с Na ₂ SO ₄	Слаб.	2,0	Выше средн.	6,3	Слаб.	1,8	—	—
4. Новый прием	Средн.	3,5	То же	8,0	»	2,2	—	—
Пирит								
1. Обычный	Оч. слаб.	1,6	Средн.	4,5	Следы	1	Слаб.	1,7
2. Обычный с добавлением	»	»	»	5,9	»	1,4	»	1,8
3. Проба, смешанная с Na ₂ SO ₄	Слаб.	2,0	Слаб.	4,0	—	—	»	1,7
4. Новый прием	Выше средн.	3,8	Сильн.	9,3	Средн.	3,9	Выше средн.	4,8

Приводимые в таблице цифры — отношение фона к интенсивности линии данного элемента ⁽³⁾. Таким способом часто в последнее время пользуются при ведении точных количественных анализов.

Как видно из таблицы, во всех без исключения случаях наблюдается значительно бо́льшая интенсивность линий при съемке последним способом, причем цифровые данные показывают увеличение интенсивности в последнем способе примерно в 2—3 раза по сравнению с первыми двумя способами и в 1,5—2,0 раза сравнительно с третьим.

Поскольку при последнем способе съемки добавки как анализируемого, так и постороннего вещества не производится, появление линий элементов, не обнаруженных другими способами, и усиление интенсивности линий, фиксируемых первыми способами, несомненно, надо отнести за счет более благоприятных условий горения дуги, создающих возможность полного сгорания анализируемого вещества.

Кроме отмеченных выше типов руд, этот прием может быть с успехом использован также при анализе других типов минерального сырья, которые хотя и сгорают в дуге в общем более спокойно, чем сульфидные и окисные железные и марганцевые руды, но все же бывают случаи выбрасывания сплава из электрода. К таким относятся некоторые разновидности скарнов, особенно гранатовые, шпинели и др.

Таким образом, предлагаемый прием позволяет:

1. Получить истинную спектрограмму анализируемого вещества, без искажения его состава.
2. Получить на спектрограмме более точные соотношения интенсивностей легколетучих и тугоплавких компонентов.
3. Производить вполне надежное исследование весьма малых количеств материала, когда добавление его или повторение анализа невозможно.
4. Намного сократить подготовительный этап анализа.

Лаборатория спектрального анализа
Института геологических наук
Академии Наук СССР

Поступило
25 XII 1947

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹С. А. Боровик и Т. Ф. Боровик-Романова, ДАН, 15, № 9 (1937).
²С. А. Боровик, ДАН, 41, № 7 (1943). ³С. А. Боровик, ДАН, 36, № 6 (1942).