

ОЦЕНКА СТЕПЕНИ ОЧИСТКИ БОРА ОТ ПРИМЕСИ ЖЕЛЕЗА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ

*Ипатов Дмитрий Олегович (DOIpatov@vniief.ru), Шатунов Василий Евгеньевич,
Сомкина Евгения Владимировна, Казаковская Татьяна Викторовна,
Белова Юлия Станиславовна, Моисеева Елена Павловна,
Канафеева Людмила Владимировна*

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ», г. Саров Нижегородской обл.

В работе описана методика химической очистки порошка бора от примеси железа в соляной кислоте. Для очистки экспериментально были подобраны следующие параметры: концентрация соляной кислоты, температурный режим, оптимальное время отмывки. В ходе работы была разработана методика спектрофотометрического определения содержания железа в пробах порошка бора. Массовая доля железа в образцах после очистки снизилась с 6 до 0,02 %, что свидетельствует о достаточно высокой эффективности примененного метода очистки.

Ключевые слова: бор, очистка от примесей, спектрофотометрия.

ESTIMATION OF THE DEGREE OF BORON PURIFICATION FROM IRON IMPURITIES USING THE SPECTROPHOTOMETRY METHOD

*Ipatov Dmitrii Olegovich (DOIpatov@vniief.ru), Shatunov Vasilii Evgenevich,
Somkina Evgenia Vladimirovna, Kazakovskaya Tatiana Viktorovna, Belova Yulia Stanislavovna,
Moiseeva Elena Pavlovna, Kanafeeva Lyudmila Vladimirovna.*

FSUE "RFNC-VNIIEF", Sarov Nizhny Novgorod region

The paper describes the chemical purification method of boron powder in hydrochloric acid from iron impurities. Such purification parameters as the concentration of hydrochloric acid, the temperature range and the optimal purification time were selected experimentally. In the course of the work, a method was developed for the spectrophotometric determination of the iron content in boron powder samples. The mass fraction of iron in the samples after purification decreased from 6 to 0,02 %, which indicates a high efficiency of the applied purification method.

Key words: boron, purification from impurities, spectrophotometry.

Введение

Порошок бора кристаллического применяется в изделиях РФЯЦ-ВНИИЭФ и в настоящее время изготавливается на одном из предприятий г. Дзержинск Нижегородской области. В процессе получения кондиционного материала остается отвал порошка кристаллического бора с размером частиц менее 10 мкм. Для повышения коэффициента использования дорогостоящего материала специалистами РФЯЦ-ВНИИЭФ была поставлена задача по разработке технологии очистки отсева порошка бо-

ра от примеси железа для создания опытного производства.

Отвал порошка кристаллического бора представляет собой ультрадисперсный порошок, загрязненный, в основном, железом из гарнитуры размольного оборудования. Содержание железа в боре является важнейшим показателем, которое влияет на качество получаемых изделий. Требовалось разработать методику очистки бора от примеси железа, которая при минимальных трудовых затратах в максимально короткий срок могла бы обеспечить очистку бора за один технологический цикл. После тщатель-

ной литературной проработки вопроса было решено опробовать метод химической очистки бора в соляной кислоте, варьируя концентрацию кислоты и температурно-временные параметры процесса.

Для экспресс-контроля содержания примеси железа в порошке бора было решено разработать методику спектрофотометрического определения содержания железа в пробах порошка бора.

Объект исследований

Объектом наших исследований являлся отвал порошка бора кристаллического с размером частиц до 10 мкм, полученный от производителя.

Методы исследований

Химическая очистка бора в соляной кислоте

Химическая очистка бора от примеси железа осуществлялась по следующей схеме. Навеску порошка бора массой около 5 г засыпали в стакан со 100 мл соляной кислоты различной концентрации (4М; 6М; 8М) и при интенсивном перемешивании, термостатировали раствор при разных температурных режимах (20–25 °С, 50–60 °С, 85–90 °С) в течение 150 минут. Отбирали пробы порошка бора, отмывали дистиллированной водой при помощи колбы Бунзена и воронки Бюхнера при пониженном давлении на бумажном фильтре «Белая лента» (размер пор 1–2 мкм) до удаления следов кислоты. Контроль осуществляли добавлением пары капель 1 % раствора нитрата серебра к промывочной воде. Высушенный порошок бора анализировали спектрофотометрическим методом.

Спектрофотометрический метод определения железа в порошке бора

В основу методики спектрофотометрического определения содержания железа в боре был положен стандарт [1], а именно сульфосалициловый метод определения. Метод основан на образовании в растворе исследуемого вещества, содержащего примесь железа, комплекса сульфосалицилата железа, окрашенного в аммиачной среде в желтый цвет. Спектрофотометрический метод определения массовой доли железа заключается в измерении оптической плотности (ABS) раствора сульфосалицилата железа в ультрафиолетовой области спектра с проведением последующих расчетов на основе градуировочного графика. Измерения проводили на спектрофотометре ультрафиолетового-видимого диапазона в режиме «Спектр» в кюветах с длиной оптического пути 10 мм.

На первом этапе работы нами была установлена длина волны (λ_{\max}), соответствующая максимуму оптической плотности градуировочных растворов с содержанием железа. Было установлено, что при

420±3 нм спектр раствора железа в отличие от раствора сравнения имеет максимум поглощения, интенсивность которого может быть использована для количественного определения растворенного вещества – железа.

Далее на спектрофотометре последовательно измеряли оптическую плотность приготовленных градуировочных растворов при установленной длине волны $\lambda_{\max} = 421$ нм по отношению к раствору сравнения. По результатам фотометрирования строили градуировочный график (рис. 1), откладывая на оси абсцисс значения массовой концентрации железа в растворах в мг, а на оси ординат – соответствующие им значения оптической плотности. Уравнение градуировочного графика зависимости оптической плотности растворов от концентрации железа в растворе имело вид: $y = 102,3 \cdot x$, где численное значение равно 102,3 – коэффициент пропорциональности (K), применяемый в дальнейших расчетах.

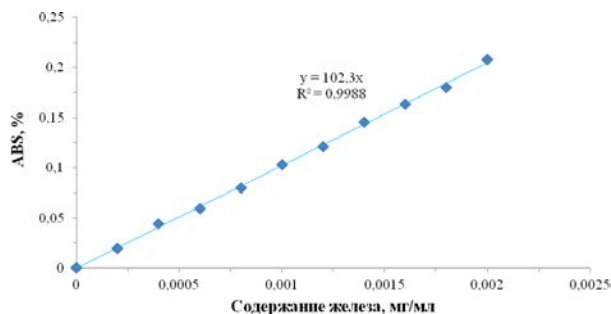


Рис. 1. Градуировочный график растворов с содержанием железа относительно раствора сравнения

Для перевода пробы порошка бора в раствор был использован метод его сплавления с персульфатом натрия при температуре 730 °С с последующим выщелачиванием горячей водой [2]. Массы навесок и оптимальные способы разведения растворов из исследуемых образцов бора были подобраны экспериментально в зависимости от содержания в них железа. Снимали спектр полученных растворов плава бора и определяли оптическую плотность относительно раствора сравнения при установленной длине волны $\lambda_{\max} = 421$ нм.

Массовую долю железа в образце бора рассчитывали по формуле:

$$X_{Fe} = \frac{ABS \cdot V}{1000 \cdot m \cdot K} \cdot 100\% , \quad (1)$$

где X_{Fe} – массовая доля железа в кристаллическом боре, %; ABS – значение оптической плотности раствора при $\lambda_{\max} = 421$ нм; K – коэффициент пропорциональности, установленный из градуировочного графика; V – вместимость мерной колбы с раствором плава кристаллического бора; m – масса навески бора, г.

Разработанный метод спектрофотометрического определения железа в порошке бора хорошо согласовался с данными количественного атомно-эмиссионного спектрального анализа [2], проведенного в ИЯРФ, сравнение результатов приведено в таблице ниже.

Результаты исследований

На графике (рис. 2) представлены результаты очистки порошка бора в 4М соляной кислоте при трех разных температурных режимах: 20–25 °С, 50–60 °С, 85–90 °С. Из графиков зависимости массовой доли железа от времени нахождения в кислоте при различных температурах видно, что минимального содержания железа (0,02 %) удалось достичь только термостатированием смеси при 85–90 °С, в течение 110 минут.

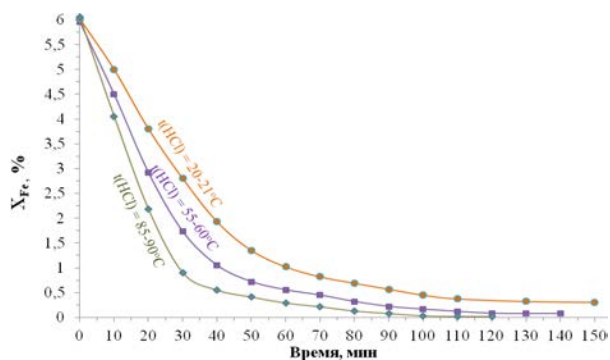


Рис. 2. Зависимость содержания железа в пробе бора от времени нахождения в соляной кислоте, при разной температуре

Очистку повторили при этом температурном режиме с концентрациями кислоты 6М и 8М. Полученные данные представлены на графике (рис. 3) и в таблице.

При очистке в 6М и 8М кислоте нам удалось снизить содержание примесей железа до значений 0,01–0,02 % при меньшем времени термостатирова-

ния – 60–70 минут. Нами отмечено, что при повышении концентрации кислоты до 6М примеси железа удаляются быстрее, однако при дальнейшем повышении концентрации кислоты до 8М скорость очистки возрастает незначительно (т. е. приближается к своему предельному значению).

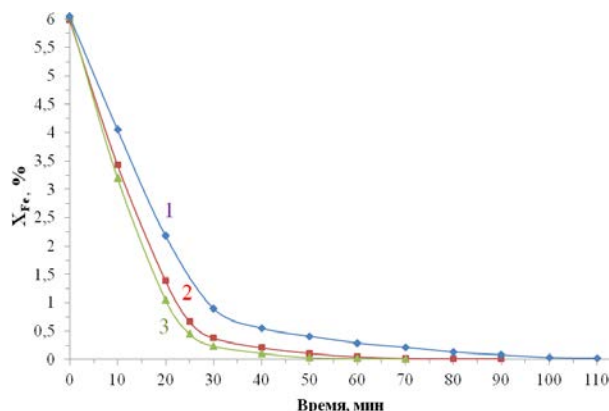


Рис. 3. Зависимость содержания железа в пробе бора от времени нахождения в кислоте разной концентрации: 1 – C(HCl) = 4М, 2 – C(HCl) = 6М, 3 – C(HCl) = 8М

Технология очистки бора в дальнейшем была отработана и оптимизирована на навесках бора большей массы, для использования в опытном производстве. Экспериментально подобрано соотношение компонентов (200 г бора на 1 л 6М соляной кислоты) и температурно-временные параметры очистки (85–90 °С в течение 70 минут). Выход после очистки по бору составляет: 95–97 %. Такой выход обусловлен тем, что некоторые микрочастицы бора (до 2 мкм) проходят через фильтр в промывочную воду.

Содержание железа в пробах кристаллического бора

Режим очистки		Объект исследования	Массовая доля Fe, %	
Концентрация HCl	Время термостатирования, мин		Спектрофотометрический метод	Атомно-эмиссионный метод
4М	110	Бор до очистки	6,160	6,18±0,56
		Бор после очистки	0,020	0,021±0,0019
6М	70	Бор до очистки	5,950	5,82±0,53
		Бор после очистки	0,014	0,0132±0,0012
8М	60	Бор до очистки	6,105	6,05±0,52
		Бор после очистки	0,017	0,0165±0,0015

Выводы

Предложена и отработана методика очистки высокодисперсного порошка бора кристаллического от примеси железа, пригодная для применения в опытном производстве. Оптимизированы параметры очистки навесок бора массой до 200 г: температура очистки 85–90 °С, концентрация кислоты – 6М, и минимальное время очистки – 70 минут. Выход по бору после очистки составляет 95–97 %.

Для экспресс-контроля разработана методика спектрофотометрического определения содержания примеси железа в порошке бора кристаллического. Исследуемый образец переводился в растворимую форму путем сплавления с персульфатом натрия при температуре 730 °С и выщелачивания горячей водой.

Примесь железа определялась фотометрически в виде комплекса сульфосалицилата железа в аммиачной среде при $\lambda_{\max} = 421$ нм. Полученные результаты в интервале массовых долей железа от 0,01 до 10 % хорошо согласовывались с данными, полученными по аттестованной методике количественного атомно-эмиссионного спектрального анализа.

Список литературы

1. ГОСТ 10555-75 Колориметрические методы определения примеси железа.
2. Анализ бора, его соединений и пресс-композиций. Практическое руководство. Под общей редакцией к.т.н. Негиной В. Р. М.: Атомиздат, 1978.