

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОЭЛЕМЕНТОВ В ТВЕРДОМ ТОПЛИВЕ
МЕТОДОМ АЭС-ИСП**

Ефремова С.Ю., Старыгина А.Ю.

АО «Западно-Сибирский испытательный центр», Новокузнецк, Россия
efremova_sy@zsic.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_19

Разработаны методики определения фосфора, галлия, токсичных элементов (ртути, мышьяка, селена) в твердом топливе и продуктах его переработки с использованием атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП). Информация о содержании вышеперечисленных элементов важна для оценки возможного сырьевого источника промышленной добычи (галлий), в производстве коксующихся углей (фосфор), при оценке экологической безопасности (ртуть, мышьяк, селен).

Для определения фосфора и галлия в угле навеску массой 1,0 г помещали в муфель. Озоление пробы проводили при температуре 500–600 °С в течении 1,5–2 часов. Далее золу количественно переносили в полипропиленовую пробирку вместимостью 55 мл и растворяли в смеси концентрированных кислот при температуре 110°С в системе HotBlock. В полученный раствор в качестве внутреннего стандарта вводили индий. Конечный объем раствора составлял 50 см³. Содержание фосфора и галлия определяли на спектрометре iCAP 6300 Duo с двойным наблюдением плазмы. Методика позволяет определять в твердом топливе фосфор в диапазоне от 0,002 до 0,2 %, галлий от 1,0 до 100,0 г/т. Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений под номером ФР.1.31.2020.36082.

Для определения ртути в угле навеску массой 0,5 г помещали в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 мл, добавляли 2,5 мл концентрированной азотной кислоты, закрывали крышкой и нагревали при температуре 90° С в течение часа в системе HotBlock. Далее добавляли 2 мл концентрированной соляной кислоты, выдерживали 1 час без нагревания при комнатной температуре, разбавляли водой до 50 мл и перемешивали. Полученный раствор анализировали на спектрометре iCAP 6300 Duo с двойным наблюдением плазмы с использованием гидридной приставки. В качестве восстановителя использовали хлорид олова. Методика распространяется на следующие объекты: твердое минеральное топливо и продукты его переработки, почвы, отходы, минеральное сырье и позволяет определить ртуть в диапазоне содержаний от 0,02 г/т до 200 г/т. Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений под номером ФР.1.31.2020.36085.

В АО «ЗСИЦентр» была усовершенствована методика определения мышьяка и селена. Навеску угля массой 1,0 г спекали со смесью Эшка при температуре 850°С в течении 6-8 часов, помещали в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 мл, добавляли 25 мл соляной кислоты концентрацией 1:1 и нагревали при температуре 80 °С в течении 15-20 мин в системе HotBlock. Конечный объем раствора составлял 50 см³. Раствор анализировали на спектрометре iCAP 6300 Duo с двойным наблюдением плазмы с использованием гидридной приставки. В качестве восстановителя использовался 1,5 % раствор боргидрида натрия.

Для набора статистики использовали рабочие пробы с различным содержанием определяемых элементов, стандартные образцы. Для построения градуировочных графиков использовали аттестованные смеси, водные растворы ГСО определяемых элементов, прошедших пробоподготовку в условиях, аналогичных проведению анализа.