

УДК 531.75

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВ МАЛОЙ МАССЫ ФЛОТАЦИОННЫМ МЕТОДОМ

© А. В. Гулютин<sup>1</sup>*Статья поступила 2 июля 2014 г.*

Представлен обзор методов определения плотности образцов твердых веществ малой массы. Для образцов массой не менее 1 мг и плотностью не менее 1 г/см<sup>3</sup> предложен вариант флотационного метода, при котором образец исследуемого вещества и пластичного вещества известной плотности — сырого пчелиного воска соединяют и помещают в рабочую жидкость, состоящую из регулятора плотности (бромид калия), растворителя (воды) и смачивающего вещества (н-пропилового спирта). После необходимой выдержки (около 30 мин) составной образец переводят во взвешенное состояние путем изменения концентрации бромида калия. При этом температуру жидкости поддерживают примерно равной 20 °С. Затем пикнометрически определяют плотность рабочей жидкости. Плотность исследуемого вещества рассчитывают по формуле. Результаты определения плотности образцов различных веществ разной массы и плотности показывают удовлетворительное совпадение со справочными данными.

**Ключевые слова:** плотность; твердое вещество; пчелиный воск; составной образец; рабочая жидкость; смачивающее вещество; взвешенное состояние; пикнометрия; флотация.

В настоящее время плотность образцов твердых веществ малой массы определяют в основном тремя методами (не считая рентгенографического). Первый — классический вариант флотации, когда образцы непосредственно помещают в рабочую жидкость и приводят во взвешенное состояние, пригоден, если их плотность не превышает 4,3 г/см<sup>3</sup> (плотность жидкости Клеричи, известной как самая плотная после ртути) и они не реагируют с применяемой жидкостью (впитывание, растворение, химические реакции и пр.). Поэтому данный метод нашел ограниченное применение. Второй, который используют чаще, — метод обмера и взвешивания. При нем массу образца определяют взвешиванием, а объем — по разнице уровней рабочей жидкости при помещении в нее образца. Основные недостатки метода — частое захватывание образцом пузырьков воздуха и требование отсутствия реакций образца с жидкостью. Третий метод [1] состоит в измерении скорости свободного падения мелких ( $d = 0,2 - 1,0$  мм) частиц исследуемого и эталонного веществ в глицерине и в жидкости Клеричи, причем расчет плотности ведут по номограммам, построенным по значениям коэффициента  $K$ , выражающего отношение скоростей падения частицы в жидкостях. В [1] не приведены данные о точности метода, но анализ представленных таблиц показывает, что она неудовлетворительна, поскольку  $K$  для частиц диаметром 0,5 – 1,0 мм весьма мало зависит от их плотности (например, в диапазоне 5 – 11 г/см<sup>3</sup>). Более перспективным представляется расчет по каждой жидкости отдельно, но такой подход требует специального изучения. Метод имеет тот же недостаток, что и два пре-

дыдущих: исследуемое вещество не должно никак реагировать с используемой жидкостью. Предмет данной работы — изучение возможности использования взвешенного состояния малого количества (1 – 100 мг) твердого вещества в жидкости для определения его плотности.

Для реализации флотационного метода определения плотности образцов малой массы была использована идея двухкомпонентного (составного) образца, когда исследуемое вещество находится в частичном или полном контакте с другим веществом известной плотности. Ранее такой подход обсуждался в ряде публикаций, но применительно к образцам не менее 1 г. Так, в работе [2] образец целиком погружали в расплавленный парафин, а плотность определяли гидростатическим взвешиванием. Согласно [3] образец измельчали, смешивали с пластичным веществом, брикетировали; плотность определяли либо методом обмера и взвешивания, либо флотацией. В [4] брикетирование предлагали выполнять в вакууме. К сожалению, в этих работах точность определения плотности как таковая специально не рассматривалась, а фигурировала лишь в виде общих рассуждений.

В настоящей работе в качестве пластичного вещества использовали сырой пчелиный воск плотностью около 0,961 г/см<sup>3</sup>, который оказался более удобным, чем парафин. Этот материал в течение длительного времени (до нескольких суток) не набухает и не растворяется в применяемой рабочей жидкости, т.е. сохраняет свою массу и объем, что делает его вполне подходящим для точного определения плотности малых образцов методом флотации. Что касается формы образца воска, то к ней было лишь одно требование:

<sup>1</sup> Институт физики высоких давлений РАН, г. Троицк, Россия.

## Результаты определения плотности некоторых веществ

| Вещество         | Масса вещества, мг | Масса воска, мг | Плотность рабочей жидкости при взвешенном состоянии образца, г/см <sup>3</sup> | Плотность по формуле (1), г/см <sup>3</sup> | Справочное значение плотности, г/см <sup>3</sup> |
|------------------|--------------------|-----------------|--|---|--|
| Винная кислота   | 1,34               | 12,71           | 1,00318  | 1,72  | 1,76   |
| Антимонид галлия | 82,40              | 215,80          | 1,19555  | 5,61  | 5,61   |
| Тантал (фольга)  | 4,29               | 18,11           | 1,172905   | 16,83                                       | 16,60  |
|                  |                    |                 | 1,173440   | 17,42                                       |  |
|                  |                    |                 | 1,171826   | 15,74                                       |  |
|                  |                    |                 | 1,172600   | 16,51                                       |  |
|                  |                    |                 | 1,172400   | 16,30                                       |  |
|                  |                    |                 | Среднее  | 16,56                                       |  |

воск не должен иметь углублений, так как при погружении в жидкость в них может остаться воздушный пузырек.

При приготовлении составного образца исследуемое вещество осторожно вдавливали в воск, следя чтобы на поверхности не образовывались углубления. При необходимости оставшуюся снаружи поверхность исследуемого образца закрывали восковой крышечкой. Исходные компоненты заранее взвешивали с точностью 0,01 мг, а затем (для контроля) — и полученный составной образец. Чтобы исключить возможные загрязнения, все манипуляции с образцами проводили без прямого их контакта с руками. Масса воска превышала массу исследуемого вещества в 3 – 10 раз, чтобы средняя плотность составного образца не выходила за границы плотности применяемой рабочей жидкости (0,97 – 1,28 г/см<sup>3</sup>).

Состав рабочей жидкости, подобранный экспериментально, представлял собой водный раствор бромида калия (KBr) и н-пропилового спирта. Содержание спирта находилось в пределах 15 – 20 % об. Максимальная плотность рабочей жидкости соответствует насыщенному (при 20 °С) раствору KBr в водно-спиртовой смеси. Пропиловый спирт в качестве смачивающего вещества оказался предпочтительнее этилового ввиду его нейтрального отношения к воску (по крайней мере при взятых концентрациях) и меньшей летучести. Кроме KBr в качестве регулятора плотности были опробованы NaCl, KCl и KI, но по разным причинам они оказались не подходящими в данном качестве. Для достижения нужной плотности рабочей жидкости использовали уже готовые растворы вышеуказанного состава, поскольку при растворении сухого KBr и спирта в воде имеют место нежелательные тепловые эффекты.

Готовые составные образцы помещали в бюкс в рабочую жидкость плотностью примерно 1,1 г/см<sup>3</sup> и выдерживали в ней около 30 мин, после чего жидкость доводили до нужной плотности. Если такую вы-

держку не соблюдать, то результаты измерений оказывались завышенными. Возможно, это вызвано тем, что на поверхности воска изначально всегда присутствует некоторое количество адсорбированных из воздуха газов, которые во время выдержки постепенно растворяются в жидкости.

Добившись взвешенного состояния составного образца, его для контроля точности фиксации этого состояния вынимали из жидкости на 2 – 3 с и снова погружали в нее. Если образец тонул или всплывал, то проводили соответствующую корректировку плотности жидкости. Затем с помощью обычного стеклянного пикнометра объемом 5,191 мл измеряли плотность рабочей жидкости при взвешенном состоянии образца, причем для большей точности замера объема жидкость наливали не до риски, а заполняли весь пикнометр, удаляя ее излишек заточенной на острие пробкой. Температуру рабочей жидкости поддерживали на уровне 20 ± 0,5 °С. Расчет плотности исследуемого вещества вели по формуле

$$\rho_x = \frac{m_x \rho_w \rho_l}{(m_x + m_w) \rho_w - m_w \rho_l},$$

где  $\rho_x$  — плотность исследуемого вещества, мг/мм<sup>3</sup> (г/см<sup>3</sup>);  $m_x$  — масса исследуемого вещества, мг (г);  $m_w$  — масса воска, мг (г);  $\rho_w$  — плотность воска, мг/мм<sup>3</sup> (г/см<sup>3</sup>);  $\rho_l$  — плотность рабочей жидкости, мг/мм<sup>3</sup> (г/см<sup>3</sup>).

В таблице представлены результаты нескольких определений плотности вышеописанным методом. При этом были использованы: весы торсионные (цена деления — 0,01 мг), ВЛР200 (цена деления — 0,05 мг), пчелиный воск плотностью 0,9611 г/см<sup>3</sup>, определенной пикнометрическим способом. Исходная плотность рабочей жидкости составляла примерно 1,1 г/см<sup>3</sup>. Полная изоляция образца от жидкости была применена только для кристаллической винной кислоты.

Таким образом, при некоторых условиях описанный способ флотационного определения плотности дает удовлетворительные результаты для твердых веществ плотностью не менее 1 г/см<sup>3</sup> и массой не менее 1 мг. Систематических ошибок при данном способе можно избежать, соблюдая вышеописанную выдержку составного образца и температурный режим.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Пат. SU № 1698705, МПК G01 N9/00, 1989.
2. **Этингер И. Л.** Свойства углей, влияющие на безопасность труда в шахтах. — М.: Госгортехиздат, 1961. — 44 с.
3. Пат. SU № 148950, МПК G01 N9/00, 1960.
4. Пат. RU № 2045032, МПК G01 N9/02, 1992.

## REFERENCES

1. SU Pat. N 1698705, IPC G01 N9/00, 1989.
2. **Étinger I. L.** Svoistva uglei, vliyayushchie na bezopasnost' truda v shakhtakh [The properties of coals, that influence on the worksafety in the shafts]. — Moscow: Gosgortekhzdat, 1961. — 44 p. [in Russian].
3. SU Pat. N 148950, IPC G01 N9/00, 1960.
4. RF Pat. N 2045032, IPC G01 N9/02, 1992.