Всероссийский научно-исследовательский институт
минерального сырья им. Н. М. Федоровского
(ВИМС)



Научный совет
по аналитическим методам

Фазовый анализ
Инструкция N 345-Ф

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИНЕРАЛЬНЫХ ФОРМ СВИНЦА В РУДАХ И ПРОДУКТАХ ИХ ОБОГАЩЕНИЯ МЕТОДОМ ХИМИЧЕСКОГО ФАЗОВОГО АНАЛИЗА

Отраслевая методика

Москва, 1992

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНА: Центральной лабораторией ПГО "Центрказгеология",
Центральной лабораторией ПГО "Южказгеология",
Центральной лабораторией ПГО "Приморгеология",
Тульским филиалом Центрального научно-исследовательского геологоразведочного института (ТФ ЦНИГРИ)

ИСПОЛНИТЕЛИ: Н.В. Беккер ЦЛ ПГО "Центрказгеология",
А.А. Костерина
В.Г. Власюк ЦЛ ПГО "Южказгеология", Л.В. Мищенко,
Е.А. Демичева, С.И. Торопова, О.Н. Кантур ЦЛ ПГО
"Приморгеология", В.А. Сидоров, Т.Ф. Романенко
(ТФ ЦНИГРИ)

УНИФИЦИРОВАНА: Н.В.Беккер ЦЛ ПГО "Центрказгеология"

ПРЕДСТАВЛЕНА К УТВЕРЖДЕНИЮ: Научным советом по аналитическим методам при ВИМСе (протокол N 65 от 05.02.91 г.)

Председатель НСАМ Г.В.Остроумов

Председатель секции фазовых методов Г.А.Сидоренко

Ученый секретарь О.Н.Смирнова

УТВЕРЖДЕНА: Всероссийским научно-исследовательским институтом минерального сырья 1991г.

Зам. директора Г.В.Остроумов

Редактор О.М.Железняк

Инструкция составлена и аттестована в соответствии с ОСТ 41-08-205-81 "Управление качеством аналитической работы. Порядок и содержание работы по аттестации методик количественного анализа минерального сырья".

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИНЕРАЛЬНЫХ ФОРМ СВИНЦА В РУДАХ И ПРОДУКТАХ ИХ ОБОГАЩЕНИЯ МЕТОДОМ ХИМИЧЕСКОГО ФАЗОВОГО АНАЛИЗА

Назначение и область применения методики

Методика предназначена для определения содержаний минеральных форм свинца в свинецсодержащих рудах и продуктах их обогащения при содержании в них свинца не менее 0,3 %.

В настоящей методике даны две схемы анализа для окисленных, а также смешанных и сульфидных руд.

Смешанные руды близки по минеральному составу к сульфидным, но в отличие от последних, характеризуются более высоким содержанием англезита и церуссита.

Окисленные руды существенно отличаются по минеральному составу от смешанных и сульфидных. Им присуще разнообразие свинецсодержащих минеральных форм.

Выбор схемы анализа зависит от типа исследуемой руды, который устанавливают предварительным изучением ее минерального и элементного состава.

Определяемые минеральные формы и интервалы содержаний в них свинца даны в табл. I.

Применение данной методики к анализу руд других типов требует самостоятельного исследования.

Сущность методики

Методика основана на селективном разделении минеральных форм свинца путем обработки исследуемой пробы различными растворителями и последующем определении содержаний свинца в растворе атомно-абсорбционным[I], полярографическим[2] (до 5%) и титриметрическим[4] (более 5%) методами.

При фазовом анализе окисленных руд и продуктов их обогащения[5.9] (рис.I) разделение минеральных форм свинца осуществляют последовательно:

– для извлечения свинца, связанного с церусситом и англезитом, пробу обрабатывают I5%-ным раствором ацетата аммония, подкисленным уксусной кислотой;

Таблица I

Определяемые минеральные формы и интервалы содержаний свинца

Минеральная форма свинца	Интервал содержаний свинца, %
Окисленные руды	
Свинец церуссита и англезита (суммарное содержание)	0,02-I0,0
Свинец пироморфита, коронадита и ванадинита (суммарное содержание)	0,02-5,0
Свинец галенита	0,02-0,2
Свинец, связанный с нерудными минералами (плюмбоярозитом, плюмогуммитом и др.)	0,02-2,0
Смешанные и сульфидные руды	
Свинец окисленных минеральных форм (суммарное содержание)	0,02-5,0
Свинец галенита	0,2-5,0

– для извлечения свинца, связанного с пироморфитом, коронадитом и ванадинитом, остаток I обрабатывают 25%-ным раствором хлорида натрия, подкисленным соляной кислотой с добавлением аскорбиновой кислоты;

– для извлечения свинца, связанного с галенитом, остаток П обрабатывают смесью I5%-ного раствора ацетата аммония, подкисленного уксусной кислотой, и пероксида водорода в соотношении 9:I;

– для извлечения свинца, связанного с нерудными минералами, остаток Ш обрабатывают смесью соляной и азотной кислот в соотношении 3:I с добавлением фторида аммония.

При фазовом анализе смешанных и сульфидных руд и продуктов их обогащения (рис.2) для извлечения окисленных минеральными форм свинца пробу обрабатывают 0,5 н раствором гидроксида натрия с добавлением аскорбиновой кислоты. Для извлечения свинца галенита остаток обрабатывают смесью соляной и азотной кислот.

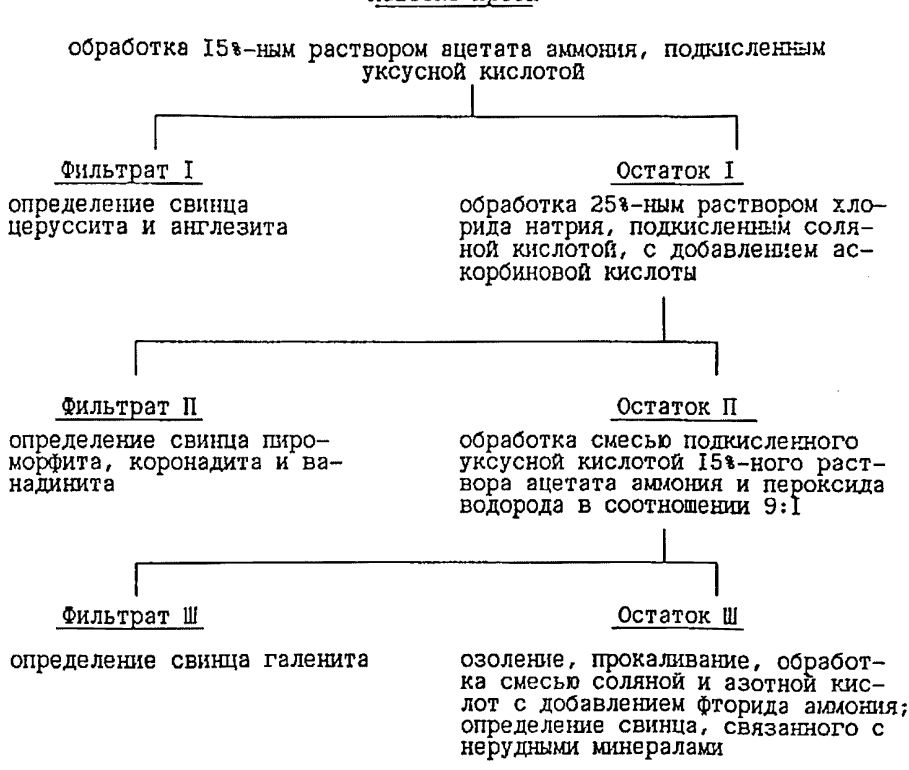


Рис. I. Схема фазового анализа окисленных руд и продуктов их обогащения

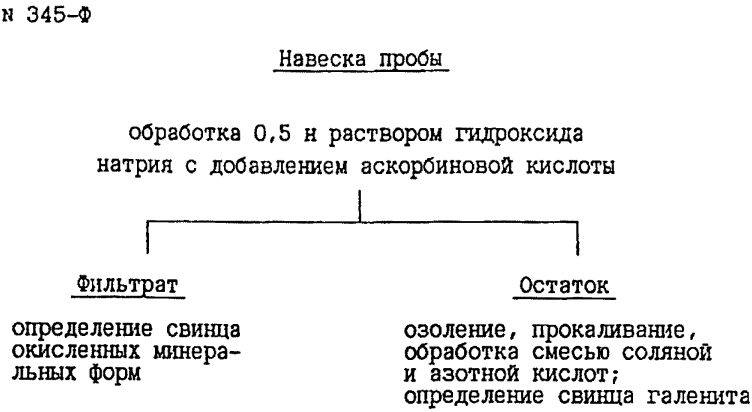


Рис. 2. Схема фазового анализа смешанных и сульфидных руд и продуктов их обогащения

При анализе сульфидных и смешанных руд допускается определение свинца галенита по разности между общим содержанием свинца в пробе (по данным элементного анализа) и установленным содержанием свинца, связанного с окисленными минералами.

Средства измерения и вспомогательные устройства

1. Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для свинца.

2. Полярограф переменнотоковый, осцилографический или постояннотоковый любой марки. Электрод сравнения – насыщенный каломельный.

3. Весы лабораторные типа ВЛР-200. Весы поверяют один раз в год.

4. Аппарат для встряхивания типа АВУ-1, обеспечивающий 120 колебаний в минуту.

5. Муфельная печь с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до 800°С.

6. Баллоны со сжиженным газом (ацетилен или пропан-бутан).

7. pH-метр любой марки.

Реактивы, растворы, материалы

1.Азотная кислота х.ч., ГОСТ 4461-77, разбавленная 1:2, 1:19.

2.Серная кислота х.ч., ГОСТ 4204-77, разбавленная 1:1, 1:19.

3.Соляная кислота х.ч., ГОСТ 3118-77, разбавленная 1:1, 1:3, 1:19.

4. Аскорбиновая кислота х.ч., ГОСТ 4815-76.

5. Винная кислота ч.д.а., ГОСТ 5817-77.

6. Уксусная кислота х.ч., ГОСТ 61-75.

7. Аммиак водный ч.д.а., ГОСТ 3760-79.

8. Аммония ацетат х.ч., ГОСТ 3117-78, 2%, 15%, 20%-ные растворы.

9. Аммония фторид ч.д.а., ГОСТ 5418-75.

10. Водорода пероксид х.ч., ГОСТ 10929-76.

11. Калия дихромат х.ч., ГОСТ 4220-75, 0,1 н раствор.

12. Калия нитрат х.ч., ГОСТ 4144-79.

13. Калия перманганат х.ч., ГОСТ 20490-75, 1%-ный раствор.

14. Меди (II) х.ч., ТУ-6-09-3757-74, 1%-ный раствор.

15. Натрия гидроксид х.ч., ГОСТ 4328-77, 0,5 н раствор.

16. Натрия сульфид 9-водный ч.д.а., ГОСТ 2053-77, 5%-ный раствор.

17. Натрия хлорид х.ч., ГОСТ 4233-77, 2%, 25%-ные растворы.

18. Свинец металлический ч., ГОСТ 3778-77.

19. Ацетатный буферный раствор. К 20%-ному раствору ацетата аммония приливают уксусную кислоту до pH 5,7. Кислотность измеряют pH-метром.

20. Растворитель 1. В мерную колбу на 1 л цилиндром наливают 20 мл уксусной кислоты, доливают до метки 15%-ным раствором ацетата аммония и перемешивают.

21. Растворитель 2 (свежеприготовленный). В мерную колбу на 1л наливают 400-500 мл 25%-ного раствора хлорида натрия, 5 мл соляной кислоты, перемешивают, добавляют 20 г аскорбиновой кислоты, доливают до метки раствором хлорида натрия той же концентрации и снова перемешивают.

22. Растворитель 3 (свежеприготовленный). Пероксид водорода смешивают с растворителем 1 в соотношении 1:9.

23. Растворитель 4 (свежеприготовленный).В мерную колбу на I л помещают 20 г аскорбиновой кислоты, доливают до метки 0,5 н раствором гидроксида натрия и перемешивают.

24. Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3:I ("царская водка").

25. Стандартный раствор свинца. Навеску металлического свинца I,000 г растворяют при нагревании в 50 мл азотной кислоты I:2. Раствор упаривают досуха, приливают I0 мл соляной кислоты и снова упаривают досуха, приливают 500 мл соляной кислоты и нагревают до растворения соли. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу на I л, доливают до метки водой и перемешивают.

I мл стандартного раствора содержит I мг свинца.

26. Этилендиаминтетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная (трилон Б), ГОСТ I0652-73; 0,0I и 0,02 М титрованные растворы. Навеску трилона Б 3,7230 или 7,4460 г растворяют в небольшом количестве теплой воды, охлаждают, переносят в мерную колбу на I л, доливают до метки водой и перемешивают. Титр раствора устанавливают по стандартному раствору свинца. Для этого аликвотную часть 25 мл стандартного раствора свинца помещают в коническую колбу на 250 мл, приливают I0 мл серной кислоты I:I и кипятят до обильного выделения паров. Содержимое колбы охлаждают, обмывают стенки колбы водой и снова упаривают. После охлаждения приливают I00 мл воды и кипятят в течение I0-I5 мин. Раствор выдерживают при комнатной температуре в течение двух-трех часов до полного осаждения сульфата свинца. Полученный осадок отфильтровывают через фильтр "синяя лента" и промывают четыре раза серной килотой I:I9 и два раза водой. Фильтрат и промывные воды отбрасывают. Фильтр с осадком помещают в ту же колбу, разрыхляют фильтр стеклянной палочкой, приливают 40-50 мл ацетатного буферного раствора, накрывают колбу часовым стеклом, нагревают содержимое до температуры, близкой к кипению, и выдерживают в течение 20 мин. Приливают горячую воду до об§ема I50 мл, нагревают еще I0-I5 минут, охлаждают в проточной воде, добавляют на кончике шпателя индикатор-ксиленовый оранжевый и титруют раствором трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски в чисто желтую.

Титр раствора трилона Б по свинцу (Т, г/мл) вычисляют по формуле:

$$T = \frac{м}{V},$$

где: м – масса свинца в аликвотной части стандартного раствора. $м = 25 \cdot 10^{-3}$ г;

V – об§ем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, мл.

27. Ксиленовый оранжевый, индикатор. Применяют в смеси с нитратом калия в соотношении 1:100.

28. Фильтры обеззоленные с синей и белой лентой, ТУ 6-09-1678-77.

Подготовка и выполнение анализа

1. Анализ окисленных руд и продуктов их обогащения

1.1. Определение свинца церуссита и англезита

Навеску пробы 0,1-0,5 г помещают в сухую коническую колбу на 250 мл, цилиндром приливают 100 мл растворителя 1, закрывают пробкой и перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 45 минут при комнатной температуре. Раствор фильтруют через фильтр "синяя лента". Получают фильтрат 1.

При атомно-абсорбционном и титриметрическом определении свинца весь раствор фильтруют в стакан на 200-250 мл. При полярографическом определении фильтруют часть раствора (30-40 мл) в сухой стакан на 50-100 мл, остальной фильтрат собирают в любую емкость и отбрасывают.

Нерастворимый остаток на фильтре промывают три раза 2%-ным раствором ацетата аммония, три раза водой и сохраняют для определения свинца пироморфита, коронадита и ванадинита. Промывание воды отбрасывают.

В фильтрате 1 определяют суммарное содержание свинца англезита и церуссита одним из нижеприведенных методов, в зависимости от предполагаемого содержания в пробе свинца, связанного с упомянутыми минеральными формами.

I.I.I. Полярографическое определение

В стакан с частью фильтрата I, полученного по п. I.I., добавляют 0,3–0,4 г аскорбиновой кислоты и перемешивают. Через 20 минут раствор полярографируют в пределах напряжения поляризации от -0,4 до -0,7 В*.

На полученной полярограмме измерят высоту полезного сигнала. Результаты измерения используют для определения содержания свинца с помощью градуировочного графика.

Для построения градуировочного графика готовят серию стандартных растворов: в стаканы на 100 мл пипеткой вводят 0,1; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 5,0; 8,0; 10,0; 15,0 и 20,0 мл стандартного раствора свинца. Растворы упаривают до влажных солей, приливают 30-40 мл растворителя I и кипятят в течение одной-двух минут. Растворы охлаждают, переносят в мерные колбы на 100 мл и доливают до метки растворителем I. Добавляют 1 г аскорбиновой кислоты, перемешивают и через 20 минут полярографируют при той же чувствительности прибора, что и анализируемые пробы.

Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс массу свинца в 100 мл стандартного раствора, по оси ординат – высоту сигнала, полученную при полярографировании данного раствора.

Вычисление результатов анализа.

Суммарное содержание церуссита и англезита в пробе (X, %) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 100}{a \cdot 1000}, \qquad (I)$$

где: C – масса свинца в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мг;

a – навеска пробы, г.

---

*Оптимальные условия полярографирования (скорость развертки, период капания ртути и т.д.) подбирают для каждого прибора отдельно.

I.I.2. Титриметрическое определение

К фильтрату I, полученному по п. I.I., прибавляют I-2 г винной кислоты и нейтрализуют раствором аммиака до щелочной реакции, контролируя щелочность с помощью лакмусовой бумаги.

Содержимое стакана нагревают до кипения и при перемешивании приливают 20-25 мл раствора сульфида натрия. Выпавший осадок выдерживают на выключенной плитке до полной коагуляции и отфильтровывают через фильтр "белая лента". Фильтрат отбрасывают. Осадок с фильтром помещают в тот же стакан, в котором проводилось осаждение, приливают 25 мл азотной кислоты I:2 и кипятят до полного растворения сульфида свинца, на что указывает обесцвечивание фильтробумажной массы. Полученный раствор фильтруют в коническую колбу на 250 мл, остаток промывают горячей водой до отрицательной реакции на свинец (проба с раствором сульфида натрия), фильтрат упаривают до 20-25 мл и охлаждают. К остывшему раствору приливают I0 мл серной кислоты I:I, нагревают до обильного выделения паров и далее поступают, как описано в тексте (см. п. 26 раздела "Реактивы, растворы и материалы") настоящей инструкции.

Вычисление результатов

Суммарное содержание свинца церуссита и англезита в пробе (X,%) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{T \cdot V \cdot 100}{a}, \qquad (2)$$

где: T - титр раствора трилона Б по свинцу, г/мл;

V - объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, мл;

a - навеска пробы, г.

I.I.3. Атомно-абсорбционное определение

Фильтрат I, полученный по п. I.I. переносят в мерную колбу на 200 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

Анализируемый раствор вводят в пламя горелки атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют величину атомной абсорбции свинца при длине волны 283,3 нм[I]. Измерения выполняют дважды и вычисляют среднее значение полученных величин.

Результаты измерения используют для определения содержания свинца в анализируемом растворе с помощью градуировочного графика.

Для построения градуировочного графика в мерные колбы на 200 мл пипеткой вводят 0,I; 0,2; 0,3; 0,4;0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; I,0; I,2; I,4; I,6; I,8 и 2,0 мл стандартного раствора свинца, приливают I00 мл растворителя I, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют величину атомной абсорбции, как указано выше. По полученным значениям и соответствующим им содержаниям свинца в стандартных растворах строят градуировочный график.

Вычисление результатов анализа

Содержание свинца церуссита и англезита в пробе (X, %) вычисляют по формуле I.

I.2. Определение свинца пироморфита, коронадита и ванадинита

Фильтр с остатком I, полученным по п. I.I., помещают в ту же колбу,в которой растворяли англезит и церуссит, цилиндром приливают I00 мл растворителя 2, закрывают пробкой и перемешивают на аппарате типа АВУ-I в течение 30 минут при комнатной температуре. Раствор фильтруют через фильтр "синяя лента", как указано в п.I.I.

Получают фильтрат П.Нерастворившийся остаток П промывают на фильтре три раза 2%-ным раствором хлорида натрия и три раза водой и сохраняют для дальнейшего анализа. Промывные водыотбрасывают.

В фильтрате П определяют суммарное содержание свинца пироморфита, коронадита и ванадинита одним из указанных ниже методов.

I.2.I. Полярографическое определение

Полярографическое определение выполняют, как указано в п.I.I.I. Для приготовления стандартных растворов используют растворитель 2.

I.2.2. Титриметрическое определение

Выполняют как указано в п. I.I.2.

I.2.3. Атомно-абсорбционное определение

К фильтрату П прибавляют I-2 г винной кислоты и далее поступают, как указано в п. I.I.2., вплоть до получения азотнокислого раствора свинца.

Азотнокислый раствор свинца фильтруют через фильтр "белая лента" в мерную колбу на I00 мл. Фильтробумажную массу промывают на фильтре горячей водой до отрицательной реакции на свинец (проба с раствором сульфида натрия). Колбу доливают до метки водой, перемешивают и измеряют в полученном растворе величину атомной абсорбции свинца, как указано в п. I.I.3.

Для построения градуировочного графика в мерные колбы на I00 мл вводят количества стандартного раствора, указанные в п. I.I.3., доливают до метки азотной кислотой I:I9 и фотометрируют в тех же условиях, что и пробы.

I.3. Определение свинца галенита

Фильтр с остатком П, полученным по п. I.2., помещают в ту же колбу, которую использовали при обработке остатка I раствором хлорида натрия, приливают I00 мл растворителя 3, нагревают на плитке до 60-65°С и выдерживают при этой температуре в течение 45 минут, периодически перемешивая содержимое. Раствор фильтруют через фильтр "синяя лента" в стакан на 250-300 мл. Получают фильтрат Ш. Нерастворимый остаток промывают на фильтре три раза 2%-ным раствором ацетата аммония и три раза водой и сохраняют для определения в нем свинца, связанного с нерудными минералами. Промывные воды отбрасывают.

Фильтрат Ш подготавливают к анализу следующим образом. Для разрушения в нем избытка пероксида водорода, введенного с растворителем 3, фильтрат нагревают до кипения, добавляют по одной-две капле растворов перманганата калия и нитрата меди и кипятят не менее 10 минут. Полноту разложения пероксида водорода контролируют путем качественной реакции с дихромат- ионом. Для этого на часовое стекло наносят по одной капле 0,1 н раствора дихромата калия, серной кислоты 1:1 и анализируемого раствора. В присутствии пероксида водорода раствор синеет, в отсутствии - не меняет окраски. В последнем случае кипячение прекращают, раствор охлаждают и определяют в нем содержание свинца галенита одним из указанных ниже методов.

1.3.1. Полярографическое определение

Фильтрат Ш, подготовленный по п. 1.3., переносят в мерную колбу на 100 мл, приливают 10 мл растворителя 1, доливают до метки водой, добавляют 1 г аскорбиновой кислоты, перемешивают и через 20 минут полярографируют, как указано в п. 1.1.1.

Стандартные растворы для построения градуировочного графика готовят следующим образом: в стаканы на 100 мл вводят указанные в п. 1.1.1. объемы стандартного раствора свинца, растворы упаривают до влажных солей, приливают по 100 мл растворителя 3 и далее поступают, как с фильтратом Ш анализируемой пробы.

Градуировочный график строят, как указано в п. 1.1.1.

Содержание свинца галенита вычисляют по формуле 1.

1.3.2. Титриметрическое определение

Выполняют, как указано в п. 1.1.2.

1.3.3. Атомно-абсорбционное определение

Выполняют, как указано в п.1.1.3.

1.4. Определение свинца, связанного с нерудными минералами

Фильтр с остатком Ш, полученным по п.1.3., помещают в фарфоровый тигель № 5, озоляют и прокаливают в муфельной печи при 500-550°С. Тигель охлаждают, остаток переносят в стакан на 100 мл, добавляют 0,5 г фторида аммония, приливают 20 мл "царской водки" и

упаривают досуха. Приливают 20 мл соляной кислоты I:I и выпаривают до влажных солей. Далее, в зависимости от метода определения свинца, поступают следующим образом.

I.4.I. Полярографическое определение

К остатку, полученному по п. I.4., приливают I0 мл соляной кислоты I:3 и кипятят в течение двух-трех минут. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу на I00 мл, доливают до метки соляной кислотой I:3 и перемешивают. После отстаивания 20-30 мл прозрачного раствора помещают в сухой стакан на 50-I00 мл, прибавляют 0,2-0,3 г аскорбиновой кислоты и перемешивают.Через 20 минут раствор полярографируют, как указано в п. I.I.I. Стандартные растворы свинца для построения градуировочного графика готовят следующим образом: в мерные колбы на I00 мл пипеткой вводят 0,I; 0,25; 0,5; I,0; I,5; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мл стандартного раствора свинца, доливают до метки соляной кислотой I:3, перемешивают, прибавлют I г аскорбиновой кислоты, перемешивают и через 20 минут полярографируют в тех же условиях, что и анализируемые пробы.

Вычисление результатов анализа

Содержание в пробе свинца, связанного с нерудными минералами, вычисляют по формуле I.

I.4.2. Атомно-абсорбционное определение свинца

К остатку, полученному по п.I.4., приливают I0 мл соляной кислоты I:I и кипятят в течение двух-трех минут. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу на I00 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор отстаивают и измеряют величину атомной абсорбции, как указано в п. I.I.3.

Стандартные растворы свинца для построения градуировочного графика готовят, как указано в п. I.2.3.

Вычисление результатов анализа

Содержание в пробе свинца, связанного с нерудными минералами, вычисляют по формуле I.

2. Анализ смешанных и сульфидных руд

2.I. Определение свинца окисленных минеральных форм

Навеску руды 0,25 г помещают в сухую коническую колбу на 250 мл, цилиндром приливают 50 мл растворителя 4, закрывают колбу пробкой и перемешивают на аппарате типа АВУ-I в течение двух часов при комнатной температуре.

В зависимости от метода определения свинца в дальнейшем поступают следующим образом.

2.I.I. Полярографическое определение

Раствор после обработки навески растворителем 4 фильтруют через фильтр "синяя лента" в стакан на 250-300 мл,в который предварительно наливают I0 мл соляной кислоты. Остаток промывают на фильтре горячей водой до отрицательной реакции на гидроксил-ион (проба с фенол-фталеином) и сохраняют для дальнейшего анализа. Промывные воды отбрасывают.

Фильтрат переносят в мерную колбу на I00 мл, доливают до метки водой, перемешивают и через 20 минут полярографируют, как указано в п. I.I.I. Содержание свинца в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика готовят серию стандарных растворов; в мерные колбы на I00 мл пипеткой вводят указанные в п. I.I.I. об§ем стандартного раствора свинца, приливают по 20 мл соляной кислоты I:I, 50 мл растворителя 4, доливают до метки водой, перемешивают и через 20 минут полярографируют в тех же условиях, что и пробы.

Вычисление результатов анализа

Содержание свинца в фильтрате вычисляют по формуле I. Содержание свинца окисленных минеральных форм находят, вычитая из полученного результата поправку на растворимость галенита. Величину поправки устанавливают экспериментально для каждой данной руды отдельно.

2.I.2. Титриметрическое определение свинца

Раствор, полученный по п. 2.I, фильтруют в стакан на 250-300 мл. Остаток промывают на фильтре, как указано в п. 2.I.I,

и сохраняют для последующего определения в нем свинца галенита. Промывные воды отбрасывают.

К фильтрату прибавляют 1-2 г винной кислоты и далее поступают, как указано в п. 1.1.2.

Вычисление результатов анализа

Содержание свинца в фильтрате вычисляют по формуле 2. Содержание свинца окисленных минеральных форм находят, вычитая из полученного результата поправку на растворимость галенита, как указано в п. 2.1.1.

2.1.3. Атомно-абсорбционное определение свинца

Фильтрат, подготовленный по п. 2.1.1, фотометрируют, как указано в п. 1.1.3. Содержание свинца в анализируемом растворе находят по градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика в мерные колбы на 100 мл пипеткой вводят указанные в п.1.1.3 об§емы стандартного раствора свинца. Приливают по 10 мл соляной кислоты и 50 мл растворителя 4, доливают до метки водой, перемешивают и фотометрируют в тех же условиях, что и пробы.

Вычисление результатов анализа

Содержание в пробе свинца окисленных минеральных форм устанавливают, как описано в п. 2.1.1.

2.2. Определение свинца галенита

Фильтр с остатком, полученным по п.2.1, помещают в фарфоровый тигель № 5, озоляют и прокаливают, как указано в п. 1.4. Прокаленный остаток переносят в стакан на 100 мл, приливают 20 мл "царской водки" и упаривают досуха. Приливают 20 мл соляной кислоты 1:1 и упаривают до влажных солей.

При полярографическом определении свинца далее поступают, как указано в п. 1.4.1, при атомно-абсорбционном, как в п. 1.4.2.

При титриметрическом определении свинца к влажному остатку, полученному по п. 2.2, приливают 10 мл серной кислоты 1:1, нагревают до выделения обильных паров и далее поступают по тексту настоящей инструкции (см. раздел "Реактивы, растворы и материалы" п. 26), завершая анализ фильтрата комплексонометрическим титрованием.

Вычисление результатов анализа

Содержание в пробе свинца галенита при полярографическом и атомно-абсорбционном определении вычисляют по формуле I, при титриметрическом – по формуле 2. К полученному результату прибавляют поправку на растворимость галенита в растворителе 4.

Численные значения показателя точности результатов анализа

В табл. 2 даны относительные среднеквадратические отклонения: допустимые ($\sigma^{Ф}_{Д,г}$)[7], фактические ($\tilde{\sigma}_{\Sigma,г}$), полученные авторами, и запас точности ($z=\sigma^{Ф}_{Д,г}/\tilde{\sigma}_{\Sigma,г}$).

Таблица 2

Допустимые и фактические среднеквадратические отклонения, запас точности

Минеральная форма свинца	Интервал содержаний	Относительное среднеквадратическое отклонение		Запас точности
		допустимое $\sigma^{Ф}_{Д,г}$	фактическое $\tilde{\sigma}_{\Sigma,г}$	
		ОКИСЛЕННЫЕ РУДЫ		
Свинец церуссита и англезита (суммарное содержание)	5,0-9,9	3,9	2,3	1,2
	2,0-4,9	6,6	4,3	1,1
	1,0-1,9	9,5	7,2	1,3
	0,50-0,99	12,6	11,2	1,1
	0,20-0,49	15,4	8,0	1,9
	0,10-0,19	19,6	11,9	1,6
	0,050-0,099	23,8	14,6	1,6
	0,020-0,049	29,4	24,8	1,2

Минеральная форма свинца	Интервал содержаний	Относительное среднеквадратическое отклонение		Запас точности
		допустимое $\sigma^{\Phi}_{Д,г}$	фактическое $\bar{\sigma}_{\Sigma,г}$	
Свинец пиромор-	2,0-4,9	6,6	5,1	1
фита, коронадита	1,0-1,9	9,5	9,5	1
и ванадинита	0,50-0,99	12,6	11,3	1
(суммарное	0,20-0,49	15,4	13,3	1
содержание)	0,10-0,19	19,6	24,5	0
	0,020-0,099	29,4	26,9	1
Свинец	0,050-0,19	21,7	24,6	0,
галенита	0,020-0,049	29,6	28,8	1,
Свинец,связанный	0,50- ,99	11,0	8,9	1,
с нерудными	0,20-0,49	15,4	16,7	0,
минералами	0,10-0,19	19,6	25,0	0,
	0,050-0,099	23,8	26,0	0,
	0,020-0,049	29,6	23,8	1,
	СМЕШАННЫЕ И СУЛЬФИДНЫЕ РУДЫ			
Свинец окисленных	2,0-4,9	6,6	4,0	1,
минеральных форм	1,0-1,9	9,5	5,2	1,:
(суммарное	0,50-0,99	12,6	9,5	1,:
содержание)	0,20-0,49	15,4	10,3	1,!
	0,10-0,19	19,6	11,0	1,8
	0,050-0,099	23,8	20,0	1,2
	0,020-0,049	29,4	12,7	2,3
Свинец галенита	2,0-4,9	6,6	4,1	1,6
	1,0-1,9	9,5	8,3	1,1
	0,50-0,99	12,6	9,5	1,3
	0,20-0,49	15,4	8,0	1,9

Общие требования для обеспечения точности результатов анализа

Для обеспечения точности необходимо строго соблюдать все условия анализа, изложенные в инструкции, обращая внимание на следующее:

- крупность проб для анализа не должна превышать 200 меш;
- температурный и временной режимы обработки проб растворителями должны контролироваться;
- точность взвешивания пробы для анализа должна составлять $\pm$ 0,0005 г.

Техника безопасности

При выполнении анализа неободимо соблюдать правила техники безопасности при ведении лабораторных работ[3] и правила экуплуатации электроустановок[8].

Литература

I. Атомно-абсорбционное пламенно-фотометрическое определение меди, цинка, кадмия, висмута, сурьмы, свинца, кобальта, никеля, железа и марганца. Инструкция НСАМ № I55-ХС. М., ВИМС, I978.

2. Долежал Я., Мусил И. Полярографический анализ минерального сырья . М., Мир. I980

3. Инструкция по технике безопасности при лабораторных работах. М., ВИЗМС. I976.

4. Комплексонометрическое определение свинца в свинцово-цинковых и других полиметаллических рудах. Инструкция НСАМ № 89-Х. М., ВИМС. I969.

5. Крошкина А.Б. и др. Фазовый анализ руд. В сб. "Методы химического анализа минерального сырья", вып. I2. М., Недра. I977.

6. Метрологическая аттестация методик количественного фазового анализа минерального сырья. Методические указания НСАМ. М., ВИМС. I987.

7. ОСТ 4I-08-205-8I "Управление качеством аналитичской работы по аттестации методик количественного анализа минерального сырья".

8. Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей. М., Атомиздат. I974.

9. Филиппова Н.А. Фазовый анализ руд и продуктов их переработки. М., Химия. I975.

gost.e-ecolog.ru