МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (В И М С)



Научный совет по аналитическим методам

Химико-аналитические методы

Инструкция № 89-Х

СВИНЕЦ

МОСКВА
1969

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа ГГК СССР № 229 от I8 мая I964 года

7. Министерству геологии и охраны недр Казахской ССР, главным управлениям и управлениям геологии и охраны недр при Советах Министров союзных республик, научно-исследовательским институтам, организациям и учреждениям Госгеолкома СССР:

а) обязать лаборатории при выполнении количественных анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами, а также Научным советом, по мере утверждения последних ВИМСом.

При отсутствии ГОСТов и методов, утвержденных ВИМСом, разрешить временно применение методик, утвержденных в порядке, предусмотренном приказом от I ноября I954 г. № 998;

в) выделить лиц, ответственных за выполнение лабораториями установленных настоящим приказом требований к применению наиболее прогрессивных методов анализа.

Приложение № 3, § 8. Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим путем.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР

Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Химико-аналитические методы
Инструкция № 89-Х

КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА В СВИНЦОВО-ЦИНКОВЫХ И ДРУГИХ ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ РУДАХ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)

МОСКВА, 1969 г.

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 89-Х рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 16 от 14.VI.69 г.)

Председатель НСАМ	В.Г. Сочеванов
Председатель секции химико-аналитических методов	К.С. Пахомова
Ученый секретарь	Р.С. Фридман

Инструкция № 89-Х рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от I8 мая I964 г.Научным Советом по аналитическим методам / протокол № I6 от 23 июня I969 г./ и утверждена ВИМСом с введением в действие с I сентября I969 г.

КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА В СВИНЦОВО-ЦИНКОВЫХ И ДРУГИХ ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ РУДАХ[x)]

Сущность метода

Метод основан на способности свинца образовывать с комплексоном Ш прочное растворимое внутрикомплексное соединение: $Pb^{2+} + H_2Y^{2-} = [PbY]^{2-} + 2H^+$.

Свинец титруют комплексоном Ш при pH = 5-6. В качестве буфера применяют раствор ацетата аммония, подкисленный уксусной кислотой [2,4]. Индикатором служит ксиленоловый оранжевый, образующий со свинцом окрашенное соединение.Это соединение,менее прочное, чем комплекс свинца с комплексоном Ш, разрушается, и в точке эквивалентности окраска раствора переходит от красно-фиолетовой к чисто желтой.

Определению свинца мешают цинк, кадмий,медь, марганец, никель, кобальт, так как эти элементы титруются комплексоном Ш в тех же условиях, что и свинец.

Определению свинца мешают также железо Ш, алюминий и другие элементы, которые в условиях титрования свинца образуют осадки гидроокисей.

Для отделения от мешающих элементов свинец выделяют в виде труднорастворимого сульфата вместе с нерастворимым остатком[2]. Сульфат свинца извлекают из осадка раствором ацетата аммония.

x) Внесена в НСАМ химико-аналитическими лабораториями ЦНИГРИ [redacted],I968 г.

Если в пробе присутствует барий, то в растворе вместо сульфата свинца может образоваться двойная сернокислая соль свинца и бария, из которой раствором ацетата аммония сульфат свинца полностью не извлекается [5,6]. В этом случае нужно сначала отделить барий в виде сульфата, удержав свинец в солянокислом растворе. Поэтому при разложении сульфидных руд, содержащих сульфат бария, в раствор вводят хлорид натрия[3]: двойная соль сульфата бария и свинца не образуется, и сульфат бария отделяется от свинца [4,5]. Если в руде присутствует растворимый в слабых кислотах карбонат бария /витерит/, то кроме хлорида натрия в раствор добавляют несколько капель разбавленной серной кислоты.

Метод рекомендуется для анализа свинцово-цинковых и других полиметаллических руд с содержанием свинца от 2% и выше.

Таблица I

Допустимые расхождения[I]

Содержание свинца,%	Допустимые расхождения,отн.%
5 - 9,99	8
2 - 4,99	I3

Реактивы и материалы

I. Кислота азотная, d I,40[x)]
2. Кислота серная, разбавленная I:I и 2%-ный раствор.
3. Кислота соляная, d I,I9 и I-2%-ный раствор.
4. Аммиак, разбавленный I:I.
5. Аммоний роданистый,I0%-ный раствор.
6. Аммоний уксуснокислый,20%-ный раствор, подкислен - ный уксусной кислотой.
7. Натрий хлористый

x) d - относительная плотность.

8. Раствор свинца, 0,02 М . Навеску 4,1442 г металлического свинца растворяют при нагревании в 50 мл азотной кислоты 1:1. Раствор охлаждают, разбавляют водой до 100-150 мл и кипятят до удаления окислов азота. Охлажденный раствор переносят в мерную колбу на 1 л и доливают водой до метки. 1 мл раствора содержит 0,0041442 г свинца.

9. Комплексон Ш /трилон Б/, 0,02 М раствор. Навеску 8 г комплексона Ш растворяют в 200-250 мл воды, если нужно фильтруют ,переносят в мерную колбу на 1 л и доливают водой до метки.

Для установки титра 0,02 М раствора комплексона Ш отбирают в стаканы аликвотные части /25 мл/ 0,02 М раствора свинца, прибавляют по 10 мл серной кислоты 1:1 и упаривают до выделения паров серной кислоты. Охладив, обмывают стенки стаканов водой, снова упаривают и далее поступают как в ходе анализа.

10. Вода сероводородная.

11. Ксиленоловый оранжевый,1%-ная смесь с нитратом калия.

Ход анализа

Разложение пробы

<u>Руды, не содержащие бария.</u> Навеску 0,5 - 1 г помещают в стакан на 300 мл, приливают 15-20 мл соляной кислоты d 1,19 и кипятят до тех пор, пока объем раствора сократится до 5-7 мл. К остывшему раствору прибавляют 7-10 мл азотной кислоты d 1,40 и нагревают до прекращения выделения окислов азота. Раствор охлаждают, прибавляют 10 мл серной кислоты 1:1 и упаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают.

<u>Руды, содержащие барий</u>. Навеску 0,5-1 г помещают в стакан на 300 мл, приливают 15-20 мл соляной кислоты d 1,19 и кипятят до тех пор, пока объем раствора уменьшится до 5-7 мл. К остывшему раствору прибавляют 7-10 мл азотной кислоты d 1,40, 2-3 г хлористого натрия и выпаривают почти досуха. Прибавляют 5-6 мл соляной кислоты d 1,19 и кипятят не -

сколько минут. Если проба содержит не тяжелый шпат, а углекислый барий / окисленные руды/, то прибавляют несколько капель серной кислоты I:I.

Раствор, содержащий не более 5-6 мл соляной кислоты d I,I9, разбавляют горячей водой до I00 мл и кипятят до полного растворения хлористого свинца. Горячий раствор фильтруют через плотный фильтр и промывают горячей водой, содержащей I-2% соляной кислоты, до исчезновения реакции на свинец /проба с сероводородной водой/. Фильтрат выпаривают до небольшого объема /несколько мл/, прибавляют I0 мл серной кислоты I:I и продолжают выпаривание до появления паров серной кислоты. Обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты.

Выделение и определение свинца

К сернокислому остатку, полученному одним из указанных выше способов, приливают 70 мл воды и кипятят I5-20 минут. Стакан с раствором помещают в ванночку с проточной водой на 2-3 часа или оставляют до следующего дня. Осадок сульфата свинца (в рудах, не содержащих бария, вместе с нерастворимым остатком) отфильтровывают через плотный фильтр (с синей лентой) с добавкой фильтробумажной массы.

Осадок промывают 2%- ной серной кислотой до исчезновения реакции на железо / проба с раствором роданистого аммония/ и два раза водой. Промытый осадок вместе с фильтром переносят обратно в стакан, в котором осаждали свинец, воронку промывают 35-40 мл 20%- ного раствора уксуснокислого аммония и раствор нагревают до температуры, близкой к кипению. При этой температуре раствор оставляют на бане на I5-20 мин, периодически перемешивая его вращательным движением.

Раствор охлаждают, разбавляют водой до I50-200 мл и добавляют на кончике шпателя индикатор ксиленоловый оранжевый. Цвет раствора должен быть красно-фиолетовым: если он розового цвета, то добавляют по каплям аммиак I:I до появления красно-фиолетовой окраски.

Раствор титруют 0,05 М раствором комплексона Ш до перехода окраски в чисто желтую.

Вычисление результатов анализа. Содержание свинца в исследуемом материале вычисляют по формуле:

$$\% \, Pb = \frac{T.A.}{H} \cdot 100,$$

где Т - титр раствора комплексона Ш, выраженный в г/мл свинца;

А - объем раствора комплексона Ш, израсходованного на титрование, мл;

Н - навеска, г.

Литература

1. Инструкция по внутрилабораторному контролю точности /воспроизводимости / результатов количественных анализов рядовых проб полезных ископаемых, выполняемых в лабораториях Министерства геологии СССР. ВИМС.М.1968.

2. Каролев А.Н.,Койчев М.К. Комплексонометрическое определение свинца с применением индикатора ксиленолоранжа и метилтимолблау. Завод.лаборат. 25,5,546 (1959).

3. Лурье Ю.Ю. Тараторин Г.А. Определение свинца в присутствии больших количеств бария. Зав.лаборатор.9, 5-6,522, 1940.

4. Пршибил Р. Комплексоны в химическом анализе. Из-во ИЛ,М. 1960 г.

5. Файнберг С.Ю,Филиппова Н.А.Анализ руд цветных металлов. Металлургиздат,М.1963.

6. Meidel J.Die Trennung des Bleis von Ba,Sr und Ca mit Ammonacetat. Z.anal.Chemie, Bd 83, H.1-2, S. 36(1931).

Сдано в печать 22/УП-69г.Подп.к печ. I5/X-69 г.
Л42I35 Заказ 69. Тираж I000 экз

Ротапринт ОЭП ВИМСа

К Л А С С И Ф И К А Ц И Я

лабораторных методов анализа минерального сырья по их назначению и достигаемой точности

Категория анализа	Наименование анализа	Назначение анализа	Точность по сравнению с допусками внутрилабораторного контроля	Коэффициент к допускам
I.	Особо точный анализ	Арбитражный анализ, анализ эталонов	Средняя ошибка в 3 раза меньше допусков	0,33
II.	Полный анализ	Полные анализы горных пород и минералов.	Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в пределах 99,5-100,5%	
III.	Анализ рядовых проб	Массовый анализ геологических проб при разведочных работах и подсчете запасов, а также при контрольных анализах.	Ошибки анализа должны укладываться в допуски	I
IУ.	Анализ технологических продуктов	Текущий контроль технологических процессов	Ошибки анализа могут укладываться в расширенные допуски по особой договоренности с заказчиком.	I-2
У.	Особо точный анализ геохимических проб	Определение редких и рассеянных элементов и "элементов-спутников" при близких к кларковым содержаниях.	Ошибка определения не должна превышать половины допуска; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют , - по договоренности с заказчиком.	0,5
УI.	Анализ рядовых геохимических проб	Анализ проб при геохимических и других исследованиях с повышенной чувствительностью и высокой производительностью.	Ошибка определения должна укладываться в удвоенный допуск; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком.	2
УII.	Полуколичественный анализ	Качественная характеристика минерального сырья с ориентировочным указанием содержания элементов, применяемая при металлометрической съемке и др. поисковых геологических работах	При определении содержания элемента допускаются отклонения на 0,5-I порядок.	
УIII.	Качественный анализ	Качественное определение присутствия элемента в минеральном сырье.	Точность определения не нормируется	

gost.e-ecolog.ru