МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (ВИМС)

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Спектральные методы

Инструкция № 110-С

РЕНИЙ

МОСКВА
1972

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, § 3. Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим путем.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР

Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Спектральные методы
Инструкция № 110-С

СПЕКТРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕНИЯ В МЕДНЫХ РУДАХ И В ПРОДУКТАХ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)

Москва, 1972

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 110-С рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 19 от 27 апреля 1971 г.)

Председатель НСАМ - В.Г.Сочеванов

Председатель секции спектральных методов - А.К.Русанов

Ученый секретарь - Р.С.Фридман

Инструкция № 110-С рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным Советом по аналитическим методам (протокол № 19 от 27 апреля 1971 г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 сентября 1971 г.

СПЕКТРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕНИЯ В МЕДНЫХ РУДАХ И В ПРОДУКТАХ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ[x/]

Сущность метода

В основу настоящего метода определения рения положена методика, разработанная ранее Э.Е.Файном[3] и усовершенствованная в ЦЛ ЦКГУ Г.С.Галкиной и А.П.Синеевой.

Метод заключается в избирательном испарении летучего окисла рения из смеси анализируемого образца с окисью свинца из канала угольного электрода электрической дуги и в определении содержания рения по интенсивности его спектральной линии методом фотографического фотометрирования по стандартным образцам.

Окись свинца, являясь при повышенной температуре хорошим окислителем, переводит рений в легко летучую семиокись и препятствует его восстановлению до труднолетучего металла. Разложение окиси свинца происходит постепенно, чем обеспечивается достаточно длительное взаимодействие пробы с окислителем.

Из образца, разбавленного окисью свинца, рений испаряется значительно быстрее - практически полностью за первые

x/ Внесена в НСАМ Центральной лабораторией Центрально-Казахстанского геологического управления, 1969 г.

30 секунд горения дуги. Кроме того, присутствие в пробе больших количеств свинца понижает температуру расплава и задерживает испарение многих менее летучих соединений железа, марганца, меди, стронция и др.

Исследования, проведенные в ЦЛ ЦКТУ, показали, что в качестве внутреннего стандарта вместо линии кадмия может быть использован фон спектра. Для повышения точности определения получают три-четыре спектра каждого образца.

Анализ выполняют по методу трех эталонов. В качестве стандартных образцов используют смеси медного концентрата с надежно установленным содержанием рения и пустой породы, не содержащей обнаруживаемых количеств рения.

Методика предназначена для определения 0,00005–0,002% рения в сульфидных медных рудах и в продуктах их обогащения (концентраты, промпродукты).

Для содержаний рения 0,00005; 0,0002 и 0,002% расхождения между повторными определениями составляют 90, 50 и 30% соответственно[x/].

Реактивы и материалы

1. Окись свинца ч.д.а., проверенная на отсутствие рения и растертая до крупности -200 меш.

2. Медный концентрат, содержащий не менее 0,0015% рения. Содержание рения определяют несколько раз надежным методом, например полярографическим[2].

3. Пустая порода, близкая по составу к анализируемым образцам и не содержащая заметных количеств рения[xx/].

---

x/ Величины расхождений имеют тот же метрологический смысл, что и допустимые расхождения в "Инструкции по внутрилабораторному контролю точности (воспроизводимости) результатов количественных анализов рядовых проб полезных ископаемых, выполняемых в лабораториях Министерства геологии СССР"[1].

xx/ При анализе пустой породы описываемым методом на спектрограмме не должна появляться аналитическая линия рения.

4. Угли спектральные марки "С-3" диаметром 6 мм.

5. Фотопластинки "микро" или "спектрографические, тип П", чувствительностью 16 или 22 ед. ГОСТа.

6. Обычные реактивы и принадлежности для обработки фотопластинок.

7. Стандартные образцы.

Смешивают 6,00 г медного концентрата и 12,00 г основы (пустой породы) и тщательно истирают, добавляя спирт. Получают порошок, содержащий в три раза меньше рения, чем было установлено в медном концентрате.

6,00 г полученного порошка смешивают таким же образом с 12,00 г основы. Получают порошок, содержащий в девять р з меньше рения, чем было установлено в медном концентрате.

Разбавляя таким же образом порошки каждый раз в три раза, получают серию стандартных образцов, содержащих приблизительно от 0,002 до 0,00005% рения.

Каждый стандартный образец смешивают в отношении 1:4 с окисью свинца.

Аппаратура и принадлежности

1. Дифракционный спектрограф ДФС-13 с решеткой 600 штр/мм.

2. Выпрямитель, напр.,ртутный ВАРС-275-100 или другой источник постоянного тока силой не менее 10 а и напряжением около 150 в.

3. Активизатор электрической дуги переменного тока ПС-39 или генератор ДГ-2 (используется только высокочастотная часть генератора).

4. Реостат регулировочный, рассчитанный на силу тока не менее 10 а.

5. Амперметр Э 30 или другой марки, рассчитанный на 10-20 а постоянного тока.

6. Вольтметр, рассчитанный на напряжение до 200 в постоянного тока.

7. Штатив дуговой вертикальный с осветителем и с электроблокировкой (например, из комплекта "АС").

8. Микрофотометр МФ-2.

9. Весы аналитические АДВ-200.

10. Станок и фрезы для заточки электродов.

11. Ступка агатовая или яшмовая.

12. Секундомер.

Ход анализа

Навеску 0,250 г анализируемого образца крупностью -200 меш и 1,00 г окиси свинца тщательно истирают в ступке (без добавления спирта). Полученной смесью с помощью воронки и стержня наполняют отверстия трех или четырех цилиндрических угольных электродов, имеющих следующие размеры:

диаметр электрода - 5,5 мм;

диаметр высверленного канала - 4,5 мм;

глубина канала - 4,0 мм;

длина обточенной части - 6,0 мм.

Верхним электродом служит угольный стержень, заточенный на усеченный конус с углом около 45^0, с диаметром меньшего основания 2 мм.

Электроды помещают в дуговой штатив, при помощи световой проекции выводят на оптическую ось, устанавливают на расстоянии 4 мм друг от друга и зажигают дуговой разряд (включая ПС-39) при силе тока 10 а. Электрод с пробой (нижний) служит анодом. Спектр экспонируют в течение 30 секунд. В течение всей экспозиции дуговой промежуток 4 мм поддерживают постоянным.

Спектры анализируемых образцов фотографируют трехкратно, стандартных образцов - четырехкратно.

Спектрограммы получают при следующих условиях:

1. Спектрограф ДФС-13 с решеткой 600 штр/мм; спектр I порядка.

2. Освещение щели - стандартная трехлинзовая система; высота выреза в промежуточной диафрагме - 5 мм.

3. Ширина щели - 0,025 мм.

4. Фотографируемый участок спектра - 344-348 нм.

5. Фотопластинки "микро" или "спектрографические тип П", чувствительностью 16 или 22 ед.ГОСТа, размером 9х12 см.

6. Проявитель стандартный № 1.

7. Обработка фотопластинок обычная.

Для получения максимальной чувствительности определения (0,00005%) необходимо, чтобы почернение фона вблизи аналитической линии составляло 0,3-0,4. Для этого подбирают чувствительные фотопластинки или несколько увеличивают продолжительность проявления. В крайнем случае можно экспонировать спектр дважды на одно место фотопластинки: при четырех параллельных экспонированиях получаются только два спектра, что вполне достаточно для такого способа экспонирования.

На каждой фотопластинке фотографируют через девятиступенчатый ослабитель спектр железа в тех же условиях, в каких фотографировались спектры образцов, только силу тока уменьшают до 6-8 а. Если необходимо уменьшить количество света, уменьшают высоту выреза в диафрагме на промежуточной линзе или устанавливают на диафрагме мелкую металлическую сетку.

Если фотографировать спектры в пять столбиков на фотопластинке размером 9х12 см, перемещая ее в кассете, можно поместить на ней спектрограммы не менее шестидесяти анализируемых и стандартных образцов.

После обработки фотопластинки фотометрируют линию Fe 346,473 нм и фон рядом с ней (в сторону более длинных волн). Перекрытий со стороны линий других элементов не наблюдается. Фотометрируют линии спектра железа, снятого через ступенчатый ослабитель, в области спектра 344-348 нм и строят характеристическую кривую фотопластинки. По характеристической кривой переходят от почернений линий к логарифмам их интенсивности и учитывают фон; находят также логарифм интенсивности фона[x/].

x/ При этом можно пользоваться расчетными приспособлениями.

Далее находят величину $\lg \frac{J_{Re}}{J_{\Phi}} = \lg J_{Re} - \lg J_{\Phi}$. Значения ее для параллельных экспозиций усредняют.

По спектрам стандартных образцов строят градуировочные графики в координатах $\left[\lg \frac{J_{Re}}{J_{\Phi}} ; \lg C\right]$, где С - содержание рения в стандартных образцах.

Так как анализируемые и стандартные образцы подготавливают к анализу одинаково, то никакие расчеты не нужны, и содержания рения находят непосредственно по градуировочному графику .

Литература

I. Инструкция по внутрилабораторному контролю точности (воспроизводимости) результатов количественных анализов рядовых проб полезных ископаемых, выполняемых в лабораториях Министерства геологии СССР. Москва,1968 г.

2. Определение микрограммовых количеств рения в природных объектах. Инструкция НСАМ № 27-Х,ВИМС,Москва,1966г.

3. Файн Э.Е.Спектрографическое определение рения и осмия в рудах. Вестник АН КазССР,1963,№2.

Сдано в печать 3.XI.71г. Подписано к печати 26.XI.71г.
Д-82299 Заказ № 72 Тираж 600
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
УП.	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.	
УШ.	Качественный анализ	Качественное определение присутствия элемента в минеральном сырье.	Точность определения не нормируется	

gost.e-ecolog.ru