МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР

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

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Химико-аналитические методы

Инструкция. № 37 - Х

СВИНЕЦ

МОСКВА - 1966 г.

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа ГТК СССР № 229 от 18 мая 1964 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 1954 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 ротографическим или электрографическим путем.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Химико-аналитические методы

Инструкция № 37-Х

УСКОРЕННЫЙ ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА В РУДАХ, СОДЕРЖАЩИХ ОЛОВО, РАСТВОРИМОЕ В КИСЛОТАХ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья (ВИМС)

Москва, 1966

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 87-Х рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб (III категория).

Протокол № 4 от 21.XII.65г.

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

Инструкция № 37 - Х рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета № 229 от 18.У.64г. Научным Советом по аналитическим методам (протокол № 4 от 21.XII.65г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с I/III-66г.

УСКОРЕННЫЙ ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА В РУДАХ, СОДЕРЖАЩИХ ОЛОВО, РАСТВОРИМОЕ В КИСЛОТАХ x)

Сущность метода

Полярографическому определению свинца в солянокислой среде (см. инструкцию НСАМ № 29-Х) мешает ряд элементов, среди которых наибольшие помехи вызывает олово в любых количествах, так как оно восстанавливается на капельном ртутном электроде при том же потенциале, что и свинец. Поэтому определение свинца в пробах, содержащих олово, возможно только в том случае, если олово в ходе анализа будет отделено (см. инструкцию НСАМ № 30-Х и дополнение к инструкции НСАМ № 29-Х) или будет замаскировано каким-либо комплексообразующим веществом.

В методе, предложенном К.С. Пахомовой и Л.П. Волковой [2], в качестве комплексообразующего вещества применяют раствор лимоннокислого аммония (pH = 3-5). Ионы свинца в этом растворе обратимо восстанавливаются на капельном ртутном электроде, образуя хорошо выраженную полярографическую волну с потенциалом полуволны (ППВ) = - 0,52 в (НКЭ).

x) Внесена в НСАМ химико-аналитической лабораторией ВИМСа, 1965.



Рис. Полярографическая волна свинца в растворе цитрата аммония. Концентрация свинца 20 мкг/мл.

В цитратном растворе, благодаря комплексообразованию, олово восстанавливается при значительно более отрицательном потенциале, чем свинец - ППВ = - 0,8-0,9 в (НКЭ), - и поэтому не мешает его определению.

Медь в цитратном растворе восстанавливается при более положительном, чем свинец, потенциале - около - 0,05-0,15 в (НКЭ) - и при содержании ее ниже 5% не мешает определению свинца.

При концентрации цитрата аммония не ниже 1,2-1,4 М мышьяк и сурьма восстанавливаются при более отрицательных, чем свинец, потенциалах и не мешают его определению. В отсутствие мышьяка и сурьмы можно пользоваться 0,4 М раствором лимоннокислого аммония.

Определению свинца мешают растворенный кислород и железо Ш, так как возникающие в их присутствии сильные осцилляции затрудняют измерение высоты волны свинца. Влияние этих элементов устраняют введением в раствор аскорбиновой кислоты, которая окисляясь до гидроаскорбиновой кислоты, восстанавливает кислород до воды, а железо Ш до железа П.

Определению свинца в цитратном растворе мешает таллий, но в заметных количествах он содержится в рудах очень редко.

Метод рекомендуется для определения свинца в рудах при содержаниях:

свинца - от 0,05 до 5%;

олова (станнин) - до 5%;

меди - до 5%;

мышьяка и сурьмы - до 1%;

таллия - следы

Таблица I.

Допустимые расхождения[I]

Содержание свинца, абс. %	Допустимые расхождения, отн. %
I,0 - I0,0	I0 - 3
0,5 - I,0	I5 - I0
0,05 - 0,5	30 - I5

Реактивы и материалы

I. Кислота соляная d I,I9 [x)] и разбавленная I:I

2. Кислота аскорбиновая, кристаллическая

3. Аммоний лимоннокислый, 2М раствор: растворяют 452 г соли двузамещенного цитрата аммония в 700-800 мл теплой воды и по охлаждении доливают водой до I л (pH раствора 4,5 -5). Если необходимо, раствор фильтруют.

Можно пользоваться солью однозамещенного цитрата аммония: растворяют 4I8 г соли в 400-500 мл теплой воды,

x) d - относительная плотность.

добавляют 100-120 мл раствора аммиака, доводят величину pH аммиаком до 4,5-5 и доливают водой до 1 л.

4. Железо хлорное, 15%-ный раствор

5. Типовой раствор азотнокислого свинца, содержащий 1 мг свинца в 1 мл. Растворяют 1,60 г предварительно высушенного при 125-130°С азотнокислого свинца в небольшом количестве воды, подкисленной азотной кислотой, и доводят объем до 1 л водой. Содержание свинца в растворе устанавливают химическим анализом.

Ход анализа

Навеску руды от 0,5 до 1,0 г[x] помещают в стакан емкостью 100 мл, смачивают несколькими каплями воды, добавляют 15-25 мл соляной кислоты d 1,19 и кипятят в течение 20 мин. Раствор выпаривают до объема 3-5 мл, прибавляют 5-10 мл воды и нагревают до кипения. Раствор вместе с нерастворимым остатком переносят в мерную колбу на 50 мл, добавляют 0,1- 0,2 г аскорбиновой кислоты, приливают 30 мл 2М раствора цитрата аммония [xx], разбавляют до метки, перемешивают и полярографируют в пределах приложенного напряжения поляризации 0,40-0,65 в(НКЭ).

x) При содержании свинца более 5% соответственно уменьшают навеску.

xx) В случае определения свинца в материалах, не содержащих мышьяка, сурьмы и меди, достаточно 10 мл 2М раствора цитрата аммония.

Растворы следует полярографировать не позже, чем через I,0-I,5 часа после их приготовления.

Высоту полярографической волны измеряют по методу двух отсчетов или лучше по вычерченной полярограмме.

Содержание свинца находят по градуировочному графику, построенному по данным полярографирования серии эталонных растворов с заданной концентрацией свинца.

Для приготовления серии эталонных растворов в 9 мерных колб по 50 мл вводят с помощью калиброванной бюретки определенные объемы типового раствора свинца, содержащего I мг свинца в I мл, прибавляют по 0,5 мл раствора хлорного железа, по I-2 мл соляной кислоты I:I, по 0,I г аскорбиновой кислоты x) и по 30 мл 2М раствора цитрата аммония, перемешивают, после достижения комнатной температуры доливают водой до метки и снова перемешивают.

Таблица 2

Эталонные растворы для построения графика

№№ пп	Объем типового раствора, мл	Содержание свинца в эталонах	
		мг /мл	% (при пересчете на навеску I,000г)
1	2	3	4
I	0,00	0,000	0,000
2	0,25	0,005	0,025
3	0,50	0,010	0,050
4	I,00	0,020	0,I00
5	2,50	0,050	0,250
6	5,00	0,I00	0,500

x) Аскорбиновую кислоту вводят для восстановления растворенного кислорода; хлорное железо - для усиления восстановительного действия аскорбиновой кислоты.

1	2	3	4
7	10,00[x)]	0,200	I,000
8	25,00[x)]	0,500	2,500
9	50,00[x)]	I,000	5,000

При полярографировании температура испытуемых растворов должна быть одинакова с температурой, при которой полярографировались эталонные растворы.

Содержание свинца вычисляют по формуле:

$$\% \text{ Pb} = \frac{X.V}{H.1000} .100 = \frac{X.V}{10.H} ,$$

где: X - найденная по калибровочному графику концентрация свинца, мг/мл;

V - объем раствора, подготовленного к полярографированию (объем мерной колбы), мл;

H - навеска пробы, г.

Литература

I. Изменения и дополнения к "Временной инструкции по внутрилабораторному контролю МГ и ОН СССР", I962.

2. Пахомова К.С., Волкова Л.П. Зав. лаб. № 3, 283-284, I956.

x) Отмеренные бюреткой растворы осторожно упаривают в стакане до объема 5-7,5 мл и количественно переносят в мерные колбы.

Технический редактор Л.Н.Хорошева
Корректор Л.Д.Шалина

Сдано в печать 28.П.66 г. Подписано к печати 7.УI.66г.
Заказ № 56 Л8I42I Тираж 900 экз.

Москва, Старомонетный пер., 29 - ОЗП 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
IV.	Анализ технологических продуктов	Текущий контроль технологических процессов	Ошибки анализа могут укладываться в расширенные допуски по особой договоренности с заказчиком.	I–2
V.	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
VI.	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
VII.	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 0,5–1 порядок.	
VIII.	Качественный анализ	Качественное определение присутствия элемента в минеральном сырье.	Точность определения не нормируется	

gost.e-ecolog.ru