

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА И СВИНЦА ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ МЕТОДОМ КАПЕЛЬНОГО АНАЛИЗА

Н. Ф. Майоров

Предварительная обработка проб в капельном методе так же, как и в других методах химического анализа, зависит от определяемых элементов и тех соединений, в форме которых они находятся. При проведении металлометрической съемки на полиметаллы для анализа поступает обычно рыхлый материал из зоны окисления. В подобных случаях предварительную обработку проб можно проводить одной концентрированной HCl. Пробы, содержащие сульфиды, обрабатываются концентрированной HCl в присутствии окислителя. В предлагаемом варианте методики анализа цинка и свинца из одной навески в качестве окислителя рекомендуется бертолетова соль.

Проба весом 1 г, истертая до пудры, высыпается в тигель объемом 50 см^3 (тигель № 4, высокий), смачивается $0,5 \text{ см}^3$ воды и заливается 4 см^3 концентрированной HCl. Увлажнение водой навески обеспечивает более спокойный ход реакции взаимодействия кислоты с карбонатной частью пробы (в случае залегания руд в карбонатных породах), в результате чего проба не выбрасывается из тигеля выделяющимся CO_2 . После приливания кислоты тигель закрывается часовым стеклом и ставится на песчаную баню. Проба нагревается до кипения и в тигель всыпается (при перемешивании пробы) около 0,2 г бертолетовой соли. Кипячение продолжается еще 10—15 мин. Затем крышка с тигля снимается и раствор выпаривается почти досуха. Выпаривание следует проводить при сравнительно невысокой температуре ввиду заметной летучести хлорида цинка. Затем проба заливается несколькими (в нашем примере 2,5) кубическими сантиметрами слабой HCl (75 см^3 концентрированной HCl, разбавленной до 1 л, что соответствует 3,3% HCl) и слегка подогревается. После отстоя твердых частиц раствор поступает на анализ.

Для анализа на цинк капиллярной пипеткой берется 5—10 капель раствора в лунку палитры¹, туда же добавляется около 0,01 г персульфата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ и такое же количество капель, как и испытуемого раствора, 25% NH_4OH . Добавка персульфата аммония в присутствии аммиака приводит к окислению и переводу в осадок железа, алюминия, марганца, свинца, в той или иной степени мешающих определению цинка. Вслед за тем из лунки через фильтровальную бумагу на-

¹ Фарфоровая глазурированная пластинка с полусферическими углублениями (лунками).

бирается фильтрат и капля его наносится на лепесток фильтровальной бумаги. С целью контроля обычно берется два лепестка с нанесенными каплями. В дальнейшем обработку капель в парах аммиака (аммиачной бане) и проведение анализа при помощи дитизона, растворенного в хлороформе, методом гашения реакционного пятна, производят так, как это было изложено ранее [1]. Для количественной оценки используются эталонные графики (рис. 1), построенные по результатам анализа химически чистых солей цинка.

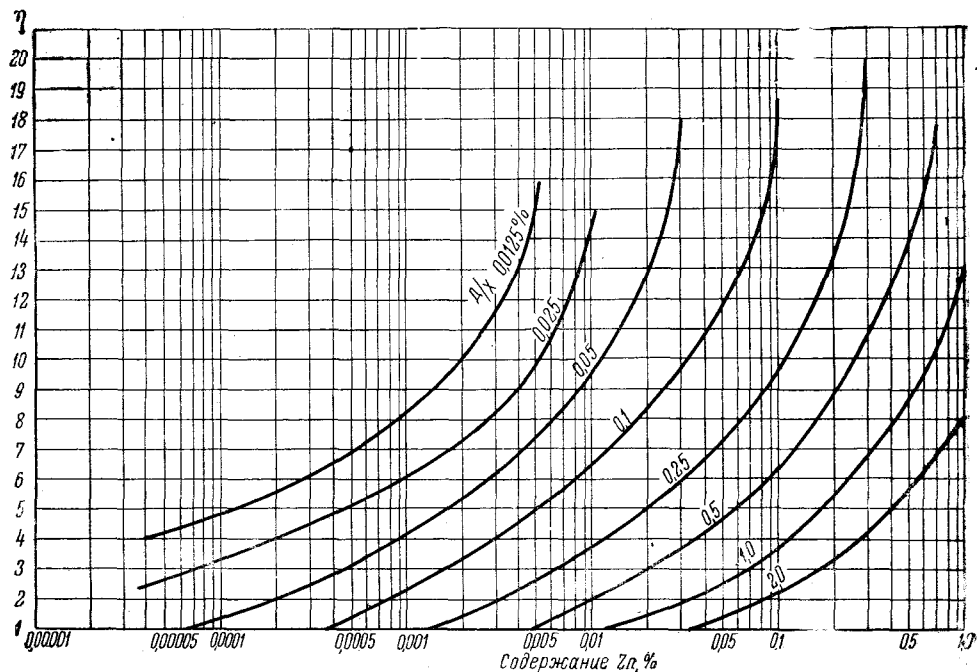


Рис. 1. Эталонные графики для количественного определения цинка методом капельного анализа:

n — число капель дитизона для гашения реакционного пятна; D/X — 0,025%-раствор дитизона в хлороформе концентрации 0,025%.

Определив содержание цинка в растворе, а также зная коэффициент извлечения и учитывая разведение, легко находят количество цинка в пробе [1]. При рекомендуемой обработке проб достигается полное или почти полное извлечение цинка из всех типов руд, кроме силикатных, поэтому в практике металлотрической съемки, за исключением изучения силикатных руд, коэффициент извлечения можно принять за единицу. В этом случае содержание цинка в пробе в процентах будет равно содержанию его в растворе, умноженному на разведение (в приведенном примере обработки пробы разведение равно пяти). С учетом изменения навески пробы и разведения можно производить определение цинка в пределах от 0,00005% до максимальных содержаний его в кондиционных рудах при сравнительно дробной дифференциации определяемых количеств [1].

После анализа пробы на цинк в тигель добавляется до 10 см³ (в нашем примере 7,5 см³) 3,3% HCl. Тигель закрывается часовым стеклом и ставится на песчаную баню до начала кипения раствора. Затем проба снимается с песчаной бани и в тигель вставляется несколько

меньшего диаметра дырчатый тигель¹ с 0,2 г алюминиевой фольги, свернутой в конусовидную воронку с изрезанной на полоски боковой поверхностью. В результате ионного обмена на холоду в течение 3 час. происходит цементация металлического свинца на фольге². По истечении указанного времени дырчатый тигель с фольгой осторожно вынимают из раствора, фольгу перекалывают в шоттовский тигель № 1, куда смывают отдельные частицы свинца и с дырчатого тигеля. После промывания фольгу и шоттовский тигель с мелкими остатками металлического свинца помещают в другой тигель и заливают 5 см³ 10% HNO₃. Тигель слегка подогревают, и раствор готов для анализа на свинец.

Капиллярной пипеткой наносят каплю исследуемого раствора на лепесток фильтровальной бумаги, который затем помещается на 20 мин. в аммиачную баню. В дальнейшем количественное определение свинца с помощью дитизона, растворенного в хлороформе, проводится так же, как и цинка, но с использованием других эталонных графиков (рис. 2), построенных по результатам анализа химически чистых солей свинца. Реакционное пятно свинца имеет кирпично-красное окрашивание. Чувствительность реакции 0,0001%. Дифференциация определяемых со-

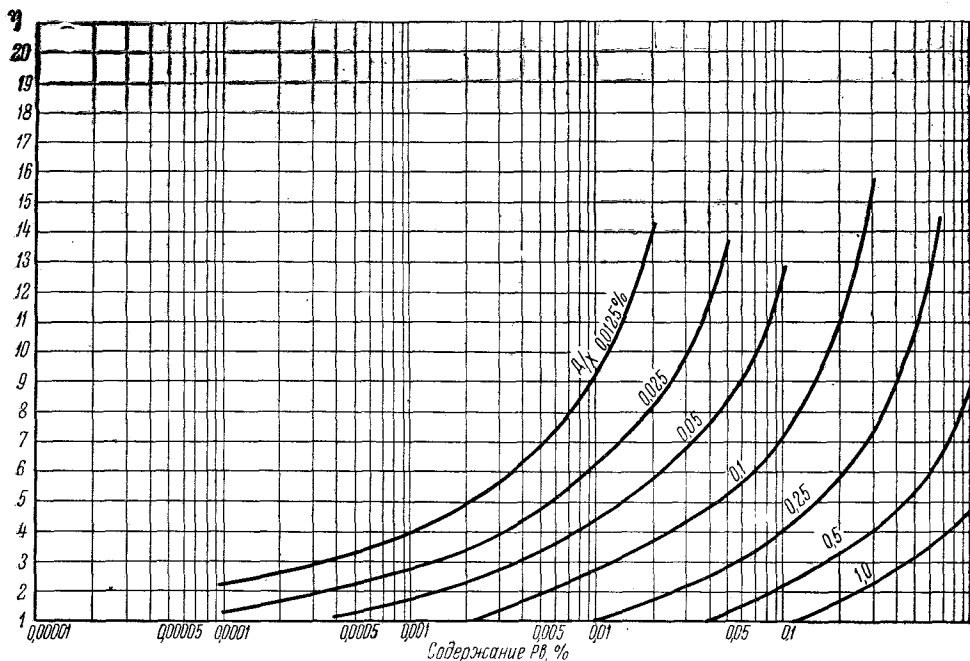


Рис. 2. Эталонные графики для количественного определения свинца методом капельного анализа:

n — число капель дитизона для гашения реакционного пятна; D/X — 0,5% раствор дитизона в хлороформе концентрации 0,5%

держаний свинца в растворе такая же, как и при анализе на цинк. С учетом изменения навески пробы и разведения можно производить определение свинца при любых содержаниях.

¹ Фарфоровый тигель объемом 20 см³ с отверстиями (до 1 мм) на дне и нижней боковой поверхности.

² Осаждение свинца можно производить и без дырчатого тигля — непосредственно на фольге, но при этом будут некоторые потери металлического свинца.

Таблица

Номер пробы	Содержание (%) по данным анализов						Примечание	
	капельного		химического (объемного)		спектрального			
	Zn рб		Zn рб		Zn рб			
23 654	0,65	0,05	0,55	Следы	—	—	Химические анализы выполнены Акчатаусской химлабораторией (Центральный Казахстан). Содержание менее 0,05% или условно принимается за следы или нулевые значения	
23 655	0,30	0,04	0,15	0,07	—	—		
23 656	1,20	0,20	1,50	0,21	—	—		
23 657	0,62	0,26	0,65	0,28	—	—		
23 658	7,5	1,2	6,0	0,84	—	—		
23 659	17,5	1,8	16,35	1,61	—	—		
23 661	13,7	2,5	9,0	3,0	—	—		
23 682	1,38	0,20	1,75	0,28	—	—		
23 683	0,23	0,24	0,45	0,14	—	—		
23 684	1,50	0,06	1,95	0,0	—	—		
23 685	0,11	0,02	0,10	0,0	—	—		
641	0,02	0,013	—	—	~0,03	0,03		Спектральные анализы по данным ВСЕГЕИ
642	0,045	0,015	—	—	0,03	>0,01		
643	0,012	0,017	—	—	0,01	0,01		
1 323	0,09	0,045	—	—	0,1	>0,1		
1 324	0,17	0,18	—	—	0,1—0,3	0,1—0,3		
1 325	0,078	0,23	—	—	>0,1	0,1—0,3		
1 351	0,037	0,003	—	—	~0,03	0,003		
1 352	0,017	0,017	—	—	0,03	0,003		
1 353	0,012	0,003	—	—	0,01—0,03	0,003		
389-2a/67	40,0	—	45,31	—	>10,0	—	Химические и спектральные анализы выполнены Ленинградским горным институтом	
389-2a/67-I	4,4	—	4,88	—	4,0	—		
389-2a/67-II	8,0	—	10,32	—	10,0	—		
389-26/118	7,0	—	8,6	—	7,0	—		
389-26/118-I	0,34	—	0,43	—	0,2	—		
389-26/118-II	1,3	—	1,53	—	0,5	—		
389-26/119	18,0	—	17,97	—	>10,0	—		
389-26/119-I	0,75	—	0,62	—	0,1	—		
389-26/119-II	2,0	—	1,86	—	1,0	—		
384/73	26,0	—	28,99	—	>10,0	—		
384/74	1,4	—	1,57	—	0,5	—		
384/75	0,77	—	0,94	—	0,5	—		

Для иллюстрации точности капельного анализа в таблице приведены сравнительные результаты анализов на цинк и свинец, полученные различными методами. Определяемые содержания цинка и свинца капельным методом имеют, как видно из таблицы, тот же порядок, что и при анализах химическим (объемным) и спектральным методами. Возможность определения в широком интервале содержания цинка и свинца позволяет использовать капельный анализ не только в поисковых, но и разведочных целях (для предварительного опробования нового материала и проб, отобранных из горных выработок). Внедрение этого простого и производительного метода в повседневную практику разведочных геологических партий позволяет в значительной степени сократить число проб, отправляемых в стационарные химические лаборатории, и даст возможность геологам оперативно руководить разведочными работами.

Предлагаемая методика капельного анализа широко и с положительными результатами опробована автором в полевых условиях при проведении металлотрической съемки в Центральном Казахстане и Южном Урале.

Использованная литература

1. Майоров Н. Ф. Полуколичественный метод капельного анализа на цинк. Зап. ЛГИ, 1955, т. XXX, вып. 2.
2. Файнберг С. Ю. Анализ руд цветных металлов. Металлургиздат, 1953.