

ОБЗОР МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ СВИНЦА В ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РАСТВОРАХ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ И АТОМНО-ЭМИССИОННЫМ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ МЕТОДОМ АНАЛИЗА РАЗРАБОТАННОЙ ТОО «КАЗЦИНК»

Касымова Лаура Ерланкызы

магистрант государственного университета им. С.Аманжолова, Казахстан, г.Усть-Каменогорск

Аубакирова Роза Аблакимовна

канд. хим. наук, доцент ВАК, профессор кафедры химии, Восточно-Казахстанского государственного университета им. С.Аманжолова, Казахстан, г.Усть-Каменогорск

Афанасенкова Ирина Владимировна

канд. пед. наук, старший преподаватель кафедры химии, Восточно-Казахстанского государственного университета им. С.Аманжолова, Казахстан, г. Усть-Каменогорск

1. Назначение и область применения

1.1 Методика выполнения измерений (МВИ) устанавливает: атомно-абсорбционный и атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой методом анализа определения массовой доли свинца, как примесь.

Область применения: технологические растворы цинкового, редкометального, аффинажного и медного производств.

1.2 Диапазон измерений массовых долей концентраций для растворов цинкового, редкометального, аффинажного и медного производств массовая доля свинца от 1,00мг/дм³ до 10,0 г/дм³.

Диапазон измерений массовых концентраций для золотосодержащих растворов аффинажного производства массовая доля определяемого свинца от 10,0 мг/дм³ до 20,0 г/дм³.

Диапазон измерений массовых концентраций для серебросодержащих растворов аффинажного производства массовая доля определяемого свинца от 1,0 г/дм³ до 20,0 г/дм³.

1.3 Область распространения методики — ТОО «Казцинк»

2. Метод измерений

2.1 Атомно-абсорбционный метод анализа основан на измерении поглощения электромагнитного излучения резонансных линий определяемых элементов при введении растворов анализируемых проб и градуировочных растворов в пламя ацетилен-воздух.

2.2 Метод атомной эмиссии с индуктивно-связанной плазмой основан на возбуждении атомов пробы в индукционной высокочастотной плазме и измерении интенсивности аналитических спектральных линий определяемых элементов при распылении раствора анализируемой пробы и градуировочных растворов в плазму.

2.2 На проведение измерений и получение результатов анализа существенную роль оказывает

влияние основа пробы. Влияние устраняется путем измерения анализируемых растворов с коррекцией фона, путем разбавления растворов проб и путем выбора спектральных линий.

2.3 Используемые аналитические спектральные линии элементов приведены в Таблице 1.

Таблица 1.

Аналитические спектральные линии (в нанометрах)

Определяемый элемент	Длина волны
Свинец	220,3; 283,3

3. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

3.1 Взвешивание на электронных аналитических весах XS104 фирмы «METTLER TOLEDO AG» (Швейцария) проводят в соответствии с условиями эксплуатации весов: температура окружающего воздуха от 5 °С до 40 °С, относительная влажность менее 80 % без конденсации.

3.2 Измерения на атомно-абсорбционном (атомно-эмиссионном) спектрометре проводят в соответствии с порядком работ на спектрометре: температура окружающего воздуха от 15 °С до 35 °С, относительная влажность не более 80 %.

3.3 Навески проб реактивов для приготовления растворов с известной концентрацией компонента (стандартных) взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

3.4 Навески реактивов для приготовления вспомогательных растворов взвешивают с погрешностью не более 0,02 г.

3.5 Пробоподготовку проводят в лабораторных условиях: температура окружающего воздуха (20±5) °С, относительная влажность от 30 % до 80 %.

3.6 Применяемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже, чем «чда», если нет других указаний.

3.7 Для приготовления водных растворов и при проведении анализа применяют дистиллированную воду, если нет других указаний.

3.8 Если не указана концентрация или степень разбавления раствора реактива (кислота, щелочь и т.д.), то имеется в виду концентрированный раствор реактива.

4. Выполнение измерений

4.1 При выполнении измерений массовой концентраций определяемого элемента (свинца) в растворах цинкового, редкометального, медного и аффинажного производств:

4.1.1 Растворы редкометального производства перед отбором аликвотной части предварительного фильтруют.

4.1.2 Разбавление растворов проводят согласно Таблице 2.

Таблица 2

Разбавление растворов

Определяемый элемент	Концентрация определяемого элемента в растворе	Аликвотная часть раствора, см ³	Вместимость мерной колбы, см ³	Разбавление раствора (числ раз)
Свинец	1,00-100,0 мг/дм ³	5	50	10
	100-1000,0 мг/дм ³	5 см ³ из раствора, разбавленного в 10 раз	50	100
	1,00-10,0 г/дм ³	5 см ³ из раствора, разбавленного в 100 раз	50	1000

4.1.3 Объем растворов цинкового и редкометального производств доводят до метки на мерной колбе соляной кислотой, разбавленной 1:19, перемешивают.

4.2 При выполнении измерений массовой доли свинца в золотосодержащих растворах аффинажного производства:

4.2.1 Разбавление раствора проводят согласно Таблице 3.

Таблица 3

Разбавление золотосодержащих растворов

Определяемый элемент	Концентрация опр.элемента в растворе	Аликвотная часть раствора, см ³	Вместимость мерной колбы, см ³	Разбавление раствора (числ раз)
Свинец	10,0-100,0 мг/дм ³	5	50	10
	100,0-1000,0 мг/дм ³	5 см ³ из раствора, разбавленного в 10 раз	50	100
	1,00-20,0 г/дм ³	5 см ³ из раствора, разбавленного в 100 раз	50	1000

4.2.2 Объем растворов доводят до метки на мерной колбе соляной кислотой, разбавленной 1:3, перемешивают.

4.3 При распылении в плазму (пламя) подготовленных растворов, по градуировочному графику, получают содержание определяемых элементов в мг/дм³.

Список литературы:

- ГОСТ 8.010-99 «ГСИ. Методики выполнения измерений. Основные положения».
- ГОСТ 3778-98 Свинец. Марки С1. Технические условия.
- МВИ ТОО «Казцинк»