

НЕОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

А. К. Иванян

Определение молибдена и меди из одной навески руды

Одним из известных и общепринятых количественных методов определений молибдена в рудах считается весовой-сероводородный метод под давлением. Метод применяется с успехом для единичных определений, для массовых же—он мало пригоден, так как каждое определение молибдена занимает много времени, рабочего места и, ввиду ядовитости сероводорода, требует специальной сероводородной комнаты. Вредный для здоровья сероводородный метод может быть с успехом заменен ускоренным и безопасным для здоровья гипосульфитным способом, разработанным нами [1].

Весовые и объемные методы определения молибдена применяются обычно для руд с высоким содержанием его, для массовых же определений, при малом содержании молибдена, эти методы затруднительны, так как для большей точности необходимо применять большие навески руды. Для количественного определения с небольшим содержанием молибдена (от тысячных долей до 1%) применяется с успехом колориметрический метод [2].

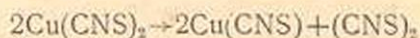
В медно-молибденовых рудах определение молибдена и меди в рудах производится обычно для каждого определения отдельно [2].

Для рационального и быстрого определения молибдена и меди в рудах нами были произведены исследования по разработке способа совместного их определения из одной навески руды, с заменой дефицитных реактивов.

Кислотный вариант разложения руды. При колориметрическом определении молибдена разложение руды производится всегда путем сплавления со щелочами, при котором применение перекиси натрия, как окислителя, обязательно. Другие методы разложения при колориметрическом определении молибдена не применяются.

Нами впервые были проведены массовые опыты кислотного разложения для колориметрического определения молибдена в рудах. Предположения, что при кислотном разложении не все количество молибдена переходит в раствор, оказались неосновательными, так как сплавления со щелочами нерастворимых остатков после кислотного разложения не дали показания на присутствие даже следов молибдена (см. табл. 1).

Определение молибдена в присутствии меди. Навеска тонко измельченной руды в 2 гр разрушается царской водкой путем нагревания до исчезновения бурых паров, выпаривается серной кислотой до полного удаления окислов азота, разбавляется водой, нагревается и фильтруется в мерную колбу на 250 мл. Нерастворимый остаток промывается и раствор разбавляется холодной водой до метки. 25 мл раствора переводится в мерный цилиндр на 100 мл для колориметрирования; прибавляется 10 мл серной кислоты (1:1), 10 мл 25%-го раствора роданистого аммония и 4 мл 10%-го раствора двухлористого олова. Все разбавляется водой до метки, размешивается и через 15 минут после стабилизации окрасок сравнивается с эталонными растворами. В растворе через несколько минут постепенно появляется белая взвешенная муть разной интенсивности. При обычном щелочном разложении путем сплавления руды после выщелачивания и фильтрования раствор почти не содержит меди, а при кислотном способе разложения медь не отделена и при фильтровании переходит в раствор. Под действием роданистого аммония образуется черный осадок двуроданистой меди, который постепенно восстанавливается в белую роданистую медь:



Присутствие роданистой меди подтверждается еще тем, что интенсивность белых взвешенных частиц находится в прямой зависимости от содержания меди в пробе. Взвешенных белых частиц, содержащих менее 0,4 % меди, образуется мало и не мешает колориметрированию, если окраски сравнивать на свет перед белым экраном. При больших содержаниях взвесей сравнение окрасок происходит с трудом. Осаждение белой роданистой меди в цилиндрах, ввиду легкости ее мелких взвешенных частиц, происходит настолько медленно, что за это время возможно изменение окрасок родано-молибденового комплекса, что недопустимо. Отделение осадка роданистой меди путем фильтрования происходит быстро, фильтрат совершенно чист и прозрачен, и изменений в сторону ослабления окрасок за это время не наблюдалось. Для получения одинаковых условий в растворах проб с эталонными растворами 25 мл первоначального раствора из колбы осторожно нейтрализуют 15%-ым раствором NaOH, а затем подкисляют 10 мл (1:1) серной кислоты (табл. 1).

Определение молибдена с отделением меди. При определении молибдена методом щелочного сплавления медь отделяется фильтрованием. В условиях же кислотного разложения медь при фильтровании проходит в раствор, но ее легко можно отделить до колориметрирования и провести сравнение окрасок без меди с эталонами в условиях общепринятого метода. Для этого 25 мл раствора из мерной колбы переводятся в стакан, нейтрализуются 15%-ым раствором NaOH легким избытком, кипятятся до полного осаждения меди и железа и фильтруются в цилиндр на 100 мл для коло-

Таблица 1

Определение молибдена в руде

Методом сплавления		Методом кислотного разложения	Сплавлением остатка
№№ проб		в присутствии меди	
1	0,05	0,051	не обнаружено
2	0,05	0,048	"
3	0,01	0,01	"
4	0,02	0,019	"
5	0,04	0,04	"
6	0,05	0,05	"
7	0,03	0,03	"
8	0,03	0,03	"
9	0,01	0,01	"
10	0,05	0,05	"
11	0,03	0,03	"
12	0,04	0,039	"
13	0,07	0,068	"
14	0,039	0,04	"
15	0,028	0,03	"

Таблица 2

Определение молибдена в руде

Методом сплавления		Методом кислотного разложения с отделением меди	Методом сплавления	Методом кислотного разложения с отделением меди
№№ проб	% Mo	% Mo	№№ проб	% Mo
1	0,03	0,03	16	0,05
2	0,35	0,05	17	0,06
3	0,04	0,04	18	0,03
4	0,03	0,03	19	0,09
5	0,04	0,03	20	0,02
6	0,05	0,04	21	следы
7	0,03	0,03	22	0,03
8	0,09	0,09	23	0,034
9	0,02	0,02	24	0,03
10	0,03	0,03	25	0,053
11	0,05	0,05	26	0,04
12	0,07	0,067	27	0,01
13	0,029	0,03	28	0,057
14	0,037	0,04	29	0,03
15	0,01	0,012	30	0,11

риметрирования. Осадки промываются, раствор нейтрализуется дополнительно, прибавляется 10 мл серной кислоты (1:1), затем 10 мл 25% роданистого аммония, 1 мл 10% хлористого железа и 4 мл 10% двухлористого олова, причем после прибавления каждого реактива раствор взбалтывается. Раствор доводится водой до метки, размешивается и сравнивается с эталонами, после стабилизации окрасок, как обычно при колориметрировании, через 15 минут. Массовые контрольные анализы молибдена показали весьма удовлетворительные результаты (см. табл. 2).

Определение меди. Предшествующие опыты проводились в направлении замены метода сплавления, требующего дефицитного реактива—перекиси натрия, способом кислотного разложения. Следующие опыты были проведены с целью ускорения определения молибдена и меди. Ввиду того, что кислотное разложение, разработанное для колориметрического определения молибдена, аналогично с разложением руд для водометрического определения меди, нами были произведены опыты применения одной навески вместо двух разных навесок для определения молибдена и меди. При определении молибдена без применения экстрагента пользуются обычно навеской в 2 гр. После разложения раствор фильтруется в мерную колбу на 250 мл. Для колориметрирования отбирается 25 мл раствора, а иногда для контроля еще 25 мл, т. е. максимум 50 мл. Остается еще 200 мл раствора или 1,6 гр навески—количество, вполне достаточное для определения меди. Определение иодометрическим методом разрешает пользоваться до 0,5 гр навески руды, не ослабляя допустимой точности в результатах анализов. Таким образом, 100 мл раствора или 0,8 гр, в пересчете на навеску руды, количество вполне достаточное для определения. Для проверки нами были произведены массовые определения в 100 мл раствора, оставшихся в колбах после определения меди. Результаты получились, как было предположено, вполне удовлетворительные и приемлемые для массовых определений (см. табл. 3).

Таблица 3

№№ проб	% Cu	
	из отдельной навески пробы в 2 г	из 100 мл раствора или 0,8 г навески
1	0,85	0,84
2	0,46	0,49
3	0,77	0,80
4	0,60	0,59
5	1,62	1,65
6	0,54	0,51
7	0,82	0,85
8	1,81	1,80
8	2,86	2,85
9	5,74	5,68
10	0,15	0,15
11	0,98	0,99
12	1,25	1,25

В ы в о д ы

1. Разработан способ определения молибдена и меди из одной навески руды, дающий, как и существующие методы, точные результаты.

2. Разработанный способ значительно ускоряет определение молибдена и меди при совместном их присутствии в рудах, дает возможность значительно сэкономить реактивы, электроэнергию и лабораторную посуду, вовсе исключает применение перекиси натрия.

4. Разработанный способ внедрен в производство массовых определений молибдена и меди.

ЛИТЕРАТУРА

1. А. К. Иванян—Гипосульфитный метод определения молибдена в рудах. Физхим. методы исследования полезных ископаемых. Картоотека Геотексо, № 45—4. (244)—18. Министерство по делам геологии. 1946.
2. Алимарин и В. И. Лисицын—Методы исследования полезных ископаемых. Выпуск 2. Министерство по делам геологии. ВИМС. 1948.

Ա. Կ. Իվանյան

ՄՈԼԻԲԴԵՆԻ ԵՎ ՊՂՆՁԻ ՈՐՈՇՈՒՄԸ ՀԱՆՔԻ ՄԻ ԿՇՈՒՔԱՆԱԿԻՑ

Ա. Մ Փ Ո Փ Ո Ւ Մ

Մոլիբդենի և պղնձի հանքաքարերում, երբ այդ երկու մետաղները հանդես են գալիս միաժամանակ, նրանց որոշումը գոյություն ունեցող տնային մեթոդներով կատարվում է առանձին կշռաքանակների միջոցով: Հեղինակն առաջարկում է մի նոր մեթոդ, որը հնարավորություն է տալիս մեկ կշռաքանակով, առանց դժվարության, որոշելու երկու էլեմենտներն էլ քանակապես: Նոր մեթոդը, համեմատած հանքաքարերում պղինձի և մոլիբդենի որոշելու գոյություն ունեցող մեթոդների հետ, տալիս է միանգամայն ճիշտ և բնական կարգումներ:

Առաջարկվող մեթոդը հնարավորություն է տալիս կիրառել էժանազին քիմիական նյութեր, թունավոր նյութեր չեն գործածվում և մոլիբդենի ու պղնձի որոշումները կատարվում են շատ արագ:

Մեկ կշռաքանակով պղնձի և մոլիբդենի քանակական որոշման մեթոդը, երբ նրանք հանդես են գալիս միաժամանակ, ընդունված է Համամիութենական Հանքային Հումուլթների Խնտիրառուտի կողմից և ներդրված է լարորատորիական պրակտիկայում պղնձի և մոլիբդենի մասսայական որոշումներ կատարելու համար: