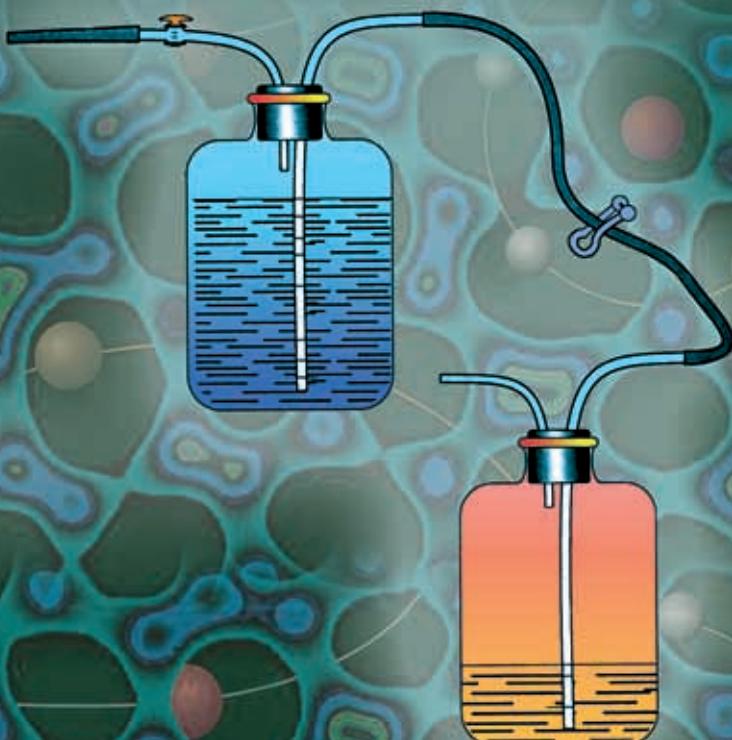


Ю.А.КАРПОВ А.П.САВОСТИН

МЕТОДЫ ПРОБООТБОРА И ПРОБОПОДГОТОВКИ



БИНОМ

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие	3
Глава 1. Пробоотбор	5
Введение	5
1.1. Виды проб	10
1.2. Сыпучие материалы	15
1.2.1. Генеральная пробы и ее разделка	23
1.3. Металлы, шлаки и технологические растворы	30
1.4. Металлсодержащее вторичное сырье	39
1.5. Ювелирные сплавы и изделия	42
1.6. Твердое топливо	42
1.7. Газы	43
1.8. Жидкости	50
1.9. Полужидкие материалы	53
1.10. Реактивы и особо чистые вещества	54
1.11. Определение «следов»	57
1.12. Объекты окружающей среды	58
1.12.1. Воздух	58
1.12.2. Природные и сточные воды	68
1.12.3. Почвы	77
1.12.4. Растения	79
1.12.5. Пыли	80
1.12.6. Бытовые и индустриальные отходы	81
Глава 2. Пробоподготовка	82
2.1. Методы вскрытия проб. Общие сведения	82
2.2. Разложение анализируемой пробы	85
2.3. «Мокрые» способы разложения	87
2.3.1. Обработка минеральными кислотами	88
2.3.2. Обработка органическими кислотами	92
2.3.3. Обработка водными растворами солей и оснований	93
2.4. «Сухие» способы разложения	96
2.4.1. Сплавление со щелочными плавнями	100
2.4.2. Сплавление с кислотными плавнями	105
2.4.3. Разложение спеканием	109
2.4.4. Разложение при нагревании с солями аммония	114
2.5. Специальные методы	117
2.5.1. Термическое разложение	117

2.5.2. Пирогидролиз и пиролиз	121
2.5.3. Разложение с использованием ионитов	121
2.6. Другие специальные методы разложения	122
2.7. Автоклавная и микроволновая пробоподготовка	123
2.8. Разрушение органических веществ (минерализация пробы)	126
2.8.1. «Сухие» способы	127
2.8.2. «Мокрые» способы	128
Глава 3. Методы разделения и концентрирования элементов	130
3.1. Индивидуальное и групповое концентрирование	135
3.2. Абсолютное и относительное концентрирование	137
3.3. Удаление матрицы и выделение микрокомпонентов	138
3.4. Количественные характеристики концентрирования	138
3.5. Метод осаждения	141
3.6. Метод соосаждения	145
3.7. Метод экстракции	149
3.8. Сорбционные методы	158
3.9. Электрохимические методы	180
3.10. Селективное растворение	198
3.11. Дистилляция, сублимация и родственные методы	199
3.12. Пирометаллургические методы	213
3.13. Кристаллизационные методы	217
3.14. Флотация	219
3.15. Фильтрация	221
3.16. Диффузия и термодиффузия	222
3.17. Разделение и очистка в гравитационном поле	223
Глава 4. Погрешности опробования и химического анализа	235
Список литературы	240

ПРЕДИСЛОВИЕ

Только потому, что мы нечто схватываем,
а нечто отбрасываем, мы не можем
постичь то, что есть на самом деле.

Великий Будда

Аналитический контроль производства веществ и материалов осуществляется, как правило, с целью сертификации продукции по химическому составу. Одна из главных особенностей такой сертификации состоит в том, что исследованию подвергается проба в несколько граммов, на основании же полученных результатов делается вывод о химическом составе всей партии продукта массой от килограммов до сотен тонн. Переход от партии к пробе, т. е. опробование, представляет собой достаточно сложный этап производственного анализа и включает три операции: пробоотбор → подготовка проб → химический анализ, среди которых первая наименее изучена, хотя и является важнейшей. Недостаточное внимание к пробоотбору объясняется, по-видимому, тем, что он оказался на стыке промышленной технологии и лабораторного анализа. Процессы современного производства осуществляются профессиональным персоналом в соответствии с технологическим регламентом, который четко охарактеризован. Химический анализ отобранных проб проводится в лабораториях, имеющих аккредитацию; такие лаборатории должны быть хорошо оснащены необходимым оборудованием, и анализ там проводится по стандартизованным или аттестованным методикам. В то же время сам пробоотбор как переход от технологического процесса к лабораторному анализу чаще всего осуществляется отделом технического контроля, не имеющего необходимого оснащения и нормативной документации. Такая практика нередко приводит

к ошибкам при сертификации и, как следствие, значительным экономическим потерям, а также арбитражным процедурам.

Поэтому, рассматривая задачу сертификации веществ и материалов по химическому составу, особое внимание необходимо уделить начальному этапу этой работы – опробованию. Этой проблеме и посвящается данное учебное пособие. Как уже говорилось, опробование – это переходное звено от технологии к анализу; при опробовании используется специальное оборудование и инструментарий. Методики пробоотбора и пробоподготовки могут быть оформлены как технологические инструкции, а при накоплении необходимых статистических данных – как ГОСТ-8.563. В любом случае сертификаты партии продукции по химическому составу должны составляться на основании трех документов (протоколов и актов), описывающих пробоотбор, пробоподготовку и испытания по аттестованной методике анализа. Исходные вещества и материалы, подлежащие сертификации, могут находиться в разных агрегатных состояниях, а также представлять собой разные объекты, например сыпучие (дисперсные) материалы, штучные изделия, крупногабаритные слитки, жидкости и газы. Для каждого случая разработан свой теоретический подход и рекомендовано необходимое оборудование.

В данном пособии сделана попытка обобщить имеющуюся информацию по пробоотбору. Мы предлагаем читателю введение в эту важную, но сравнительно мало исследованную область аналитической науки и химической технологии, которая неразрывно связана с понятием качества веществ и материалов. Для решения практических задач по конкретным видам сырья и материалов следует обращаться к оригинальной научной литературе и нормативным документам.

Ю. А. Карпов

Глава 1

ПРОБООТБОР

Введение

Задача количественного химического анализа состоит в определении содержания тех или иных элементов в анализируемом материале; при этом главное требование заключается в том, чтобы результаты отражали истинное содержание этих элементов. Достигнуть этого можно только в том случае, если все операции анализа выполнены правильно.

При аналитическом исследовании выполняется ряд последовательных равнозначных операций, в результате чего получают достоверные данные по качественному и количественному составу материала. Любое аналитическое определение включает четыре этапа: 1) пробоотбор; 2) пробоподготовка. 3) собственно химический анализ (измерение аналитического сигнала как функции содержания в пробе интересующих компонентов); 4) статистическая обработка результатов анализа. При этом этап пробоподготовки делится на две стадии. Целью первой предварительной стадии является получение пробы определенной массы и гранулометрического состава; основные операции на этой стадии — измельчение пробы и ее сокращение. Целью второй, окончательной стадии пробоподготовки является переведение пробы в такое состояние, которое требуется для анализа при помощи аналитического прибора; операции на этой стадии — вскрытие пробы, разделение и концентрирование компонентов. Весь комплекс операций на этапах пробоотбора и пробоподготовки называется *опробованием*.

Все эти этапы аналитического исследования равнозначны и каждый из этапов несет в себе объективные и субъективные источники неопределенности.



При выполнении анализа стремятся к получению результата с минимальной погрешностью. Общая погрешность результатов аналитического исследования равна сумме погрешностей на каждом из его этапов.

Следовательно, при правильном выборе метода анализа достоверность результатов химического анализа в значительной мере зависит от правильного отбора пробы и ее подготовки для анализа, поскольку погрешности, допущенные на этих этапах, приводят к искажению конечных результатов химического анализа даже при самом тщательном выполнении этого этапа исследования.

На практике работа при любом аналитическом исследовании обязательно начинается с отбора проб. Необходимость пробоотбора объясняется тем, что при добыче ископаемых или в производственных процессах обычно участвуют большие партии материалов, нередко в десятки или сотни тонн (например, если это продукция горнодобывающих предприятий, обогатительных фабрик, металлургических и химических комбинатов), в то время как в лабораторию для последующих анализов направляют сравнительно небольшие количества этих материалов массой не более 1–2 кг; анализу же подвергается еще гораздо меньшее количество материала, как правило, не более нескольких граммов. Так, при анализе объектов черной металлургии с использованием спектральных методов в генерировании аналитического сигнала участвует количество вещества массой всего в десятки миллиграммов, что при массе плавки 100 т составляет от партии продуктов лишь десятимиллионную–миллионную часть. Поэтому