

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ
ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР
«КОЛЬСКИЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК»
(ФИЦ КНЦ РАН)

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

По дисциплине Б1.В.08 Аналитические методы изучения вещественного состава руд и пород

указывается цикл (раздел) ОП, к которому относится дисциплина, название дисциплины

Для направления подготовки (специальности) 05.04.01 Геология

код и наименование направления подготовки (специальности)

Направленность программы (профиль) Прикладная геохимия, минералогия и петрология

наименование профиля /специализаций/образовательной программы

Квалификация выпускника, уровень подготовки магистр

(указывается квалификация (степень) выпускника в соответствии с ФГОС ВО)

Апатиты

2020

Лист согласования

1 Разработчик:

доцент
должность

УАиМ


подпись

С.В. Дрогобужская
И.О. Фамилия

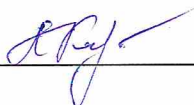
2. Методические указания рассмотрены и одобрены на заседании учебно-методической комиссии управления аспирантуры и магистратуры 29 июня 2020 года, протокол № 02.

Председатель УМК УАиМ

29.06.2020

дата

подпись



Л.Д. Кириллова

И.О.Фамилия

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

Методические указания составлены в соответствии с требованиями федерального государственного образовательного стандарта по образовательной программе высшего образования – программе магистратуры по направлению подготовки 05.04.01 Геология, утвержденного приказом Минобрнауки России от 28.08.2015 г. № 912.

ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ИЗУЧЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Цель дисциплины «Аналитические методы изучения вещественного состава руд и пород» -

- осмысленное усвоение студентами целей, задач и методов изучения вещественного состава пород и руд;
- изучение основных закономерностей этапов анализа исследуемого вещества;
- практическое ознакомление с методами количественного вещественного анализа пород и руд, включая вскрытие образца методом сплавления или кислотного разложения и конечное определение с помощью химического или физико-химического анализа.

Задачи дисциплины: ознакомление студентов с методами количественного химического анализа (КХА) геологических объектов. Усвоение данной дисциплины позволяет геологу ориентироваться в методах конечного определения того или иного элемента анализируемого объекта, представлять схемы анализа силикатных пород, природных солей, руд черных, цветных, редких металлов, органических остатков и вод.

В результате освоения программы дисциплины «Аналитические методы изучения вещественного состава руд и пород» студенты направления 05.04.01 Геология должны

Знать:

- схемы анализа геологических объектов;
- перечень элементов, определяемых в породе или руде;
- основные способы разложения и подготовки пробы для анализа;
- способы разделения или концентрирования;
- методы конечного количественного определения основных и примесных элементов.

Уметь: правильно представлять схему анализа объекта, с учетом особенностей объекта, поставленной задачи и требуемой точности определения выбрать методы анализа.

Владеть: простейшими навыками проведения аналитических работ, работы с химическими реактивами и агрессивными средами, простыми приемами и правилами работы с аналитическим оборудованием.

2. Планируемые результаты обучения в рамках данной дисциплины

Процесс изучения дисциплины (модуля) «Аналитические методы изучения вещественного состава руд и пород» направлен на формирование элементов компетенций в соответствии с ФГОС ВО 05.04.01 Геология (уровень магистратуры). Результаты формирования компетенций и обучения представлены в таблице.

Таблица 1 – Результаты обучения

№ п/п	Код компетенции	Компоненты компетенции, степень их реализации	Результаты обучения
1.	ОК – 3. Готовность к саморазвитию, самореализации, использованию творческого потенциала.	Компоненты компетенции соотносятся с содержанием дисциплины, и компетенция реализуется полностью	<p>Знать: - основные понятия, цели, задачи аналитических методов изучения вещественного состава руд и пород.</p> <p>Уметь:</p> <ul style="list-style-type: none"> - формулировать цели и определять пути их достижения в рамках использования методов анализа пород и руд; - находить информацию в различных источниках. <p>Владеть: методами сбора информации, ее обработки и анализа.</p>
2.	ОПК – 1. Способность самостоятельно приобретать, осмысливать, структурировать и использовать в профессиональной деятельности новые знания и умения, развивать свои инновационные способности.	Компоненты компетенции соотносятся с содержанием дисциплины, и компетенция реализуется полностью	<p>Знать: основные проблемы и задачи аналитических методов изучения вещественного состава руд и пород.</p> <p>Уметь:</p> <ul style="list-style-type: none"> – самостоятельно анализировать и систематизировать новые знания; - структурировать и использовать новые знания и умения; - развивать инновационные способности. <p>Владеть: методами адаптации новых знаний в профессиональной деятельности.</p>
3.	ПК – 3. Способность создавать и исследовать модели изучаемых объектов на основе использования углубленных теоретических и	Компоненты компетенции соотносятся с содержанием дисциплины, и компетенция реализуется полностью	<p>Знать: схемы анализа изучаемых объектов на основе использования углубленных теоретических знаний;</p> <p>Уметь: создавать и исследовать модели анализа изучаемых объектов;</p>

	практических знаний в области геологии.		Владеть: навыками практических знаний в области анализа геологических объектов.
--	---	--	--

Перечень дисциплин и их разделов, усвоение которых необходимо студентам для изучения данной дисциплины.

- Общая и неорганическая химия - основные свойства химических элементов и веществ.
- Геохимия – основные положения и классификация геологических объектов,
- Физические и химические методы исследования вещества.

Таблица 2 - Перечень лабораторных работ

№ п/п	Наименование лабораторных работ	Количество часов	Наименование темы по табл. 4
1	Разложение силикатных пород методом щелочного сплавления. Определение двуокиси кремния весовым методом.	6	4
2	Определение железа (III) в силикате фотометрическим методом с сульфосалициловой кислотой.	4	4
3	Титриметрическое определение циркония в эвдиалите после кислотного вскрытия	4	4
4	Кислотное разложение полиметаллической руды. Определение металлов (Cu, Zn, Pb, Cd) атомно-абсорбционным методом с пламенной атомизацией.	6	4
5	Определение водорастворимого фтора в апатитовом концентрате потенциометрическим методом	4	4
6	Определение фосфора в сфеновом концентрате фотометрическим методом	4	4
	Итого:	28	

РЕКОМЕНДАЦИИ К ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Основной целью лабораторных занятий является развитие у магистров общих представлений о методах анализа, применяемых для исследования геологических объектов.

Задача лабораторного курса – получение представлений об основных методах анализа, применяемых в современных аналитических лабораториях для анализа геологических объектов.

Перед началом лабораторной работы студент должен проработать предложенный теоретический материал (см. методические указания к лабораторным работам), знать порядок действий при выполнении лабораторной работы и понимать суть происходящего

процесса. Перед началом работы осуществляется допуск посредством сдачи коллоквиума. Расчеты по результатам лабораторной работы, отчет и расчетно-графические задания выполняются не откладывая, представляются к защите в короткое время.

Основные требования к знаниям студента: иметь представления о систематическом и частном анализе геологических объектов и методах, применяемых для анализа тех или иных элементов. Данные знания слагаются из теоретического материала, полученного из лекционного курса, самостоятельной проработки литературы и практических навыков, полученных при выполнении лабораторных работ.

В результате освоения лабораторного курса обучающийся должен:

знать основные методы анализа, применяемые для изучения вещественного состава геологических объектов;

иметь представления о систематическом и выборочном анализе различных классов геологических объектов;

владеть навыками работы и приемами, применяемыми в аналитической практике.

Лабораторное занятие № 1, 2, 3

Тема: «Разложение силикатных пород методом щелочного сплавления. Определение двуокиси кремния весовым методом» 6 часов

Силикаты – солеобразные соединения кремниевых кислот. Основная структура силиката – кремнекислородный тетраэдр SiO_4^{2-} . Эти структурные единицы могут объединяться в полимерные цепочки, ленты, сетки. Основные компоненты катионной части силиката обычно представлены элементами: титан, алюминий, железо (II, III), марганец, кальций, магний, калий, натрий. В составе природных силикатов могут быть анионы: OH^- , Cl^- , CO_3^{2-} , F^- , SO_4^{2-} и др. В результате замещения катионов кристаллической решетки силикатов сопутствующими могут быть элементы: хром, ванадий, никель, кобальт, свинец, стронций, барий, цинк, медь, литий, цирконий, ниобий, тантал, молибден, вольфрам и др. Результаты анализа силикатов обычно представляют в виде массовой доли оксидов соответствующих элементов. Анализ силиката на основные компоненты предусматривает определение SiO_2 , TiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , FeO , MnO , MgO , CaO , N_2O , K_2O .

Анализ силиката заметно ускоряется при использовании физико-химических методов определения основных компонентов, однако, химические методы отличаются своей точностью. Для разложения используют сплавление с смесью карбоната натрия и тетрабората натрия.

Для определения диоксида кремния используют ускоренный гравиметрический метод. В методе необходимо количественное выделение малорастворимой кремниевой кислоты, основанное на выделении из раствора осадка, его обработки и взвешивания.

Цель работы: определить массовую долю диоксида кремния в силикатном образце методом гравиметрии.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

- ✓ провести разложение образцов (стандартного и анализируемого) методом сплавления;
- ✓ выщелачивание раствором соляной кислоты;
- ✓ осаждение диоксида кремния.

Лабораторное занятие № 4,5

Тема: «Определение железа (III) в силикате фотометрическим методом с сульфосалициловой кислотой» 4 часа.

В фильтрате, полученном после отделения кремниевой кислоты согласно лабораторной работы №1, определяют содержание железа, алюминия, кальция, магния, титана.

Определение железа в силикате основано на измерении светопоглощения раствора комплексного соединения ионов железа (II) с 2,2-дипиридилем вишнево-красного цвета, устойчивого в интервале pH 3,5-8. Окраска развивается в течение 30 мин, и устойчива длительное время. Молярный коэффициент поглощения равен 8000 при ($\lambda = 520$ нм). Для восстановления ионов железа (III) применяют гидроксилламин или аскорбиновую кислоту. Мешающее действие ионов алюминия и титана предотвращают добавлением винной кислоты.

Цель работы: определить массовую долю диоксида оксида железа в силикатном образце методом фотометрии.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

- ✓ фильтрат, полученный после отделения осадка кремниевой кислоты (стандартного и анализируемого), используют для фотометрического определения оксида железа методом одного эталона.

Лабораторное занятие №6, 7

Тема: «Титриметрическое определение циркония в эвдиалите после кислотного вскрытия» 4 часа.

Метод применим для объектов с любым содержанием оксида циркония.

При разложении геологических пород, содержащих цирконий необходимо учитывать трудную растворимость фосфата циркония. Если порода содержит фосфаты, цирконий оказывается в нерастворимых остатках. В таких случаях обычно переводят фосфаты в водную вытяжку путем сплавления со щелочами или карбонатами щелочных металлов.

Эвдиалит и эвколит можно перевести в раствор, разлагая соляной кислотой, большинство минералов циркония при этом не разлагается или разлагается не полностью. При выпаривании солянокислых растворов значительное количество циркония может попасть в осадок кремневой кислоты вследствие гидролиза. Поэтому, как правило, соляная кислота может применяться только для предварительной обработки руд и минералов (при анализе пород и руд, богатых железом).

Серная кислота разлагает многие цирколиты и малаконы. Более эффективно протекает серноокислотное разложение с добавкой сульфата аммония. Безводный циркон при этом не разлагается.

Разложение смесью плавиковой и серной кислот является основным методом перевода в раствор пород, содержащих цирконий. Однако безводный циркон при этом разлагается не полностью, и нерастворимые остатки приходится затем сплавливать с бурой, щелочами и бифторидом калия.

Метод определения циркония в геологических объектах основан на титровании раствора, содержащего цирконий Трилоном Б в растворе 1 Н НСl, нагретых до кипения. Индикатором служит ксиленоловый оранжевый. Переход окраски из малиновой в желтую отчетлив.

Определению циркония не мешают до 10 мг каждого из следующих элементов: железа (III), индия (III), скандия, тория, галлия, меди, никеля и любые количества цинка, алюминия, марганца (II), лантана, церия, кадмия, урана (VI), нитрата, ванадата, молибдата и сульфата.

Цель работы: определить массовую долю диоксида циркония в образце методом комплексонометрического титрования.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

- ✓ раствор, полученный после разложения образца, используют для комплексонометрического определения циркония.

Лабораторное занятие №8, 9, 10

Тема: «Кислотное разложение полиметаллической руды. Определение металлов (Cu, Zn, Pb, Cd) атомно-абсорбционным методом с пламенной атомизацией» 6 часов

Полиметаллические руды содержат минералы различных металлов. Это сульфиды, оксиды, гидроксиды, карбонаты и др. меди, свинца, цинка, кадмия, ртути, мышьяка, висмута, сурьмы, олова и т.д..

Хлористоводородная кислота разлагает многие сульфиды, оксиды, карбонаты указанных металлов. Азотная кислота и смесь азотной и хлористоводородной кислот разлагает практически все сульфидные минералы. Для удаления азотной кислоты, которая мешает определению многих ионов металлов, добавляют серную кислоту, и упаривают раствор до паров серной кислоты. В результате такой обработки свинец выделяется из раствора в виде малорастворимого сульфата, который отделяют и далее растворяют в ацетате аммония.

Наиболее удобным и экспрессным методом для определения металлов в рудах является метод пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии. Он позволяет быстро и с минимальными затратами определить ряд элементов. Для расчета концентрации используется метод построения градуировочной характеристики.

Цель работы: определить массовую долю меди, цинка, свинца в полиметаллической руде после кислотного разложения методом пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры: определение содержания металлов проводят с помощью градуировочного графика. Для этого

- ✓ измеряют абсорбцию растворов для построения градуировочной характеристики (3-5);
- ✓ строят градуировочную характеристику;
- ✓ определяют массовую концентрацию иона металла в растворе;
- ✓ рассчитывают массовую концентрацию металлов в пробе.

Лабораторное занятие № 11, 12

Тема: «Определение водорастворимого фтора в апатитовом концентрате потенциометрическим методом» 4 часа

Для определения фторид-иона в геологических образцах используют метод

потенциометрии. Для определения водорастворимого фторид-иона используют выщелачивание водным раствором при нагревании. Определение проводят на фоне цитратного буферного раствора.

Цель работы: определение водорастворимого фторид-иона в образце. Контроль содержания фторид-ионов может быть успешно решен с использованием фторид-селективного электрода. В настоящее время он является наиболее совершенным электродом с уникальной селективностью. Определение основано на измерении концентрации ионов фтора на фоне цитратного буферного раствора с $pH=6,0\pm 0,5$.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

- ✓ необходимо получить значения Э.Д.С. для растворов в диапазоне концентраций 10^{-1} – 10^{-6} моль/л, применяемым для построения градуировочной характеристики;
- ✓ по этим данным построить градуировочную характеристику (ГХ);
- ✓ далее измерить разность потенциалов для раствора с неизвестной концентрацией и рассчитать концентрацию с помощью ГХ

Лабораторное занятие № 13, 14

**Тема: «Определение фосфора в сфеновом концентрате фотометрическим методом»
4 часа.**

Цель занятий – определения фосфора в концентратах методом спектрофотометрии. Для определения фосфора используют кислотное разложение образца при нагревании.

Цель работы: определение фосфора в образце. Контроль содержания фосфат-иона может быть успешно решен с использованием метода спектрофотометрии. В настоящее время он является наиболее точным методом при определении высоких концентраций фосфора в концентрате. Определение основано на измерении поглощения синего комплексного соединения фосфора, образуемого с молибденовой гетерополикислотой.

Обучающиеся должны выполнить следующие аналитические процедуры:

- ✓ необходимо получить значения оптической плотности для растворов, применяемых для построения градуировочной характеристики;
- ✓ по этим данным построить градуировочную характеристику (ГХ);
- ✓ далее измерить оптическую плотность раствора с неизвестной концентрацией и рассчитать концентрацию с помощью ГХ.

ПЕРЕЧЕНЬ РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

Основная:

1. Основы аналитической химии. В 2-х т. 6 изд. /Ю. А. Золотов, Н. В. Алов, Ю. А. Барбалат и др. М.: Академия 2014. Т.1. 391 с.
2. Основы аналитической химии. В 2-х т. 6 изд. /Ю. А. Золотов, Н. В. Алов, Ю. А. Барбалат и др. М.: Академия 2014. Т.1. 416 с.
3. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учеб. пособие / Александрова Т.П. - Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2016. Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785778230330.html>
4. Барбалат Ю.А., Основы аналитической химии [Электронный ресурс]: практическое руководство / Ю.А. Барбалат, А.В. Гармаш, О.В. Моногарова, Е.А. Осипова, К.В. Осколок, Н.А. Пасекова, Г.В. Прохорова, Н.М. Сорокина, В.И. Фадеева, Е.Н. Шаповалова, Н.В. Шведене, Т.Н. Шеховцова, О.А. Шпигун - М. : Лаборатория знаний, 2017. - 465 с. (Учебник для высшей школы) - ISBN 978-5-00101-567-3 - Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785001015673.html>
5. Власова Е.Г., Аналитическая химия: химические методы анализа [Электронный ресурс] / Е.Г. Власова, А.Ф. Жуков, И.Ф. Колосова, К.А. Комарова, В.В. Кузнецов, Л.Б. Кузнецова, Е.А. Кучкарев, Л.Н. Медведева, С.Л. Рогатинская, Н.Д. Румянцева, О.Л. Саморукова, Л.Б. Оганесян, М.Б. Огарева, О.М. Петрухин, А.Р. Тимербаев - М. : Лаборатория знаний, 2017. - 467 с. (Учебник для высшей школы) - ISBN 978-5-00101-554-3 - Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785001015543.html>
6. Гармаш А.В., Моногарова О.В. Основы аналитической химии. Практическое руководство /Под ред. Ю. А. Золотова. М.: Бином. Лаборатория знаний. 2017. 462 с. <https://e.lanbook.com/book/97410>
7. Основы аналитической химии. Химические методы анализа : учебное пособие / И.Н. Мовчан, Р.Г. Романова, Т.С. Горбунова, И.И. Евгеньева ; Казань : КНИТУ, 2012. - 195 с. <http://www.iprbookshop.ru/61991.html>

Дополнительная:

8. Алимарин, И.П. Качественный полумикроанализ: практическое руководство к лабораторным работам : учебное пособие / И.П. Алимарин, В.Н. Архангельская. - Москва ; Ленинград : Гос. научно-техническое изд-во хим. лит., 1949. - 195 с. - ISBN 978-5-4475-1602-4 ; То же [Электронный ресурс]. - URL: <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=255718>
9. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа: практикум [Электронный ресурс] : учебное пособие / Харитонов Ю.Я., Джабаров Д.Н., Григорьева В.Ю. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970421994.html>
10. Халфина, П.Д. Анализ минерального сырья : учебное пособие / П.Д. Халфина ; Министерство образования и науки Российской Федерации, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Кемеровский государственный университет», Кафедра аналитической химии. - Кемерово : Кемеровский государственный университет, 2014. - 72 с. : ил. - Библиогр. в кн. - ISBN 978-5-8353-1632-8 ; То же [Электронный ресурс]. - URL: <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=278841>
11. Харитонов Ю.Я., Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа: практикум [Электронный ресурс] : учебное пособие / Харитонов Ю.Я., Джабаров Д.Н., Григорьева В.Ю. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - ISBN 978-5-9704-2199-4 - Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970421994.html>