

Шығыс Қазақстан облысы
әкімдігінің білім
басқармасы
КМКҚ «Геология барлау
колледжі»



КГКП «Геологоразведочный
колледж» управления
образования Восточно-
Казахстанского областного
акимата

Базовый опорный конспект по дисциплине
«Лабораторные методы исследования минерального сырья»
для специальности «Геологическая съемка, поиск и разведка
месторождений полезных ископаемых»
(экспериментальный учебный план)

Оспанова А. К.

**Базовый опорный конспект по дисциплине
«Лабораторные методы исследования минерального сырья»
для специальности
0701000 «Геологическая съемка, поиск и разведка месторождений
полезных ископаемых» (экспериментальный учебный план)**

Утвержден на заседании
методического совета колледжа

Разработан 2015
(дата)

Переработан 2017
(дата)

г. Семей, 2017 г.

Оспанова А. К. Базовый опорный конспект по предмету «Лабораторные методы исследования минерального сырья» - 43 стр.

Базовый опорный конспект разработан в соответствии с рабочей учебной программой и предназначен для студентов 4 курса колледжа специальности 0701000 «Геологическая съемка, поиск и разведка месторождений полезных ископаемых» (экспериментальный учебный план). Он содержит основные материалы теоретического и практического курса по дисциплине «Лабораторные методы исследования минерального сырья» и состоит из 5 разделов, а также содержит контрольные вопросы и задания по курсу. Сведения наиболее полно систематизированы и конкретизированы. Благодаря четким определениям основных понятий, их признаков и особенностей студент может сформулировать ответ, за короткий срок усвоить и переработать важную часть информации, успешно сдать экзамен. Базовый опорный конспект будет полезен не только студентам, но и преподавателям при подготовке и проведении занятий

Содержание

	Разделы и темы	стр
2	Урок № 1. Тема: Общая схема лабораторных исследований полезных ископаемых.	6-7
3	Урок № 2. Тема: Лабораторные методы	7-9
4	Урок № 3. Тема: Лабораторные методы. Химические и физико-химические методы анализа.	9-11
5	Урок № 4. Тема: Основные методы, используемые при лабораторных исследованиях нерудных полезных ископаемых. Методы определения физико-механических свойств руды и горных пород.	11-14
6	Урок № 5. Тема: Особенности лабораторных методов исследования ископаемых углей.	14-21
Лабораторные работы		
7	Лабораторная работа. №1 Тема: Составление схемы обработки проб ПИ для химического анализа. Ознакомление с содержанием журналов приема и выдачи результатов анализа.	21-22
8	Лабораторная работа. №2 Тема: Отбор и подготовка пробы к анализу.	22-26
9	Лабораторная работа №3 Тема: Определение содержания полезных ископаемых.	26-28
10	Лабораторная работа №4 Тема: Методика проведения капельных, пленочных и кристаллоскопических реакций	28-32
11	Лабораторная работа №5 Тема: Методика проведения капельных, пленочных и кристаллоскопических реакций	32-34
12	Лабораторная работа №6 Тема: Аналитические реакции на анионы: CO_3^{-2} , BO_3^{-2} , PO_4^{-3} .	34-35
13	Лабораторная работа №7 Тема: Определение внешних признаков минерала (физические свойства минералов)	35-38
14	Лабораторная работа №8 Тема: Определение карбонатности горных пород.	38-39
15	Лабораторная работа №9 Тема: Определение минералов шлиха тяжелой и легкой фракции, сильной, средней, слабой магнитности.	39-40
16	Лабораторная работа №10 Тема: Определение объемной массы минералов.	40-41
17	Лабораторная работа №11 Тема: Определение удельного веса минералов различными методами	41-42
18	Лабораторная работа №12 Тема: Составление схемы обработки угольной пробы для анализа	42-43
19	Лабораторная работа №13 Тема: Обязательная контрольная работа	43
20	Список литературы	43

Тематический план предмета

№ тем	Наименование разделов и тем	Количество часов	
		Всего	Практические занятия
1	Введение. Общая схема лабораторных методов исследования полезных ископаемых.	6	6
2	Химические и физико-химические анализы. Полевые химические методы диагностики минералов, руды и горных пород.	14	8
3	Минералого-петрографические анализы и исследования.	9	6
4	Методы определения физико-механических свойств руды и горных пород	5	4
5	Особенности лабораторных методов исследования ископаемых углей.	5	2
	Всего по дисциплине:	39	26

Урок № 1. Тема: Общая схема лабораторных исследований полезных ископаемых.

План:

1.Схема лабораторных исследований полезных ископаемых (ПИ).

2.Лаборатории и их виды.

1 Новые требования, предъявляемые к лабораторным исследованиям в последние годы обусловлены следующим условиями:

- вовлечение в промышленное использование новых минеральных видов, ранее не представлявших никакого практического интереса;
- выявление новых областей применения минералов на основе изучения их свойств;
- повышением комплексности использования сырья и разработки схем безотходной технологии;
- усовершенствование технологических схем и повышение извлечения полезных компонентов из руд, что является важнейшим фактором интенсификации использования богатств недр;
- необходимостью экспрессной оценки и разработки большого количества геохимических и геофизических аномалий и рудопроявлений;
- возможностью облагораживания некоторых видов ПИ(н/р- драгоценных и поделочных камней, некоторых видов нерудного сырья) и создание на их основе новых полезных материалов с особыми свойствами;
- удилению огромного внимания экологическим проблемам, что влечет за собой анализ и обработку большого количества экологических проблем.

В ПРАКТИКЕ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ВЫДЕЛЯЮТ НЕСКОЛЬКО ЗАДАЧ:

1.Изучение свойств минералов с целью выявления областей их применение и использование как новых видов минерального сырья, что по своему экономно эффекту сравнений с открытием крупных месторождений.

2.Развитие комплекса исследований, направленных на повышение эффективности поисковых и оценочных работ (поисковая минералогия). Это позволяет выдвинуть новые поисковые критерии, в роли которых выступают минералы, определенные минеральные ассоциации, специфические особенности, которые экспрессно определяют в полевых условиях или в стационарных лабораториях.

3.Развитие комплекса исследований, направленных на повышение интенсификации использования недр (технологическая минералогия). Эти исследования направлены на максимальное извлечение полезных компонентов и разработку безотходной технологии.

4.Развитие исследований по генетической минералогии с целью получения объективных данных об условиях образования минералов, что позволяет различными способами оценить физ-хим параметры процессов минералообразования.

ОСНОВНЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ:

1)Переход к локальным методам исследования небольшой площади минерала, измеряемой квадратными микрометрами, экономит время и дает точную информацию. В настоящее время оптические локальные методы, включая зондирование с применением микроанализаторов, и электронные методы.

2)Использование в минералогических исследованиях лазерных источников открывает большие перспективы, поскольку позволяет:

- определять химический состав минералов в точке;
- переходить к изучению оптических свойств минералов, на основе которых разрабатывается фазовый экспресс-анализ;
- определять состав твердых, жидких, газообразных фаз, в том числе индивидуальных без вскрытия;
- применять методы голографии к исследованию минералов и изучение их взаимоотношения с минералообразующей средой.

2 вопрос. ЦЕЛЬ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ СОСТОИТ:

1)В диагностике (определении) минералов и минеральных разновидностей.

2)В определении химического состава минералов, включая и элементы примеси, находящиеся нередко в ничтожных количествах (до 10 – 10 %).

3) В установлении кристаллической структуры минералов.

4) В изучении физических свойств сырья.

5) В изучении технологии обогащения и комплексного извлечения полезного компонента из руды.

Все эти задачи решаются в стационарных и экспресс – лабораториях.

Экспресс лаборатории предназначены для контроля качества минерального сырья при отработке месторождения и обогащения товарной продукции на обогатительных фабриках.

На горнорудных предприятиях экспресс – лаборатории занимаются выполнением одного вида анализа минерального сырья, направленного на решение конкретной задачи.

Для решения комплекса задач, решающих общие вопросы изучения вещественного состава минерального сырья в стране созданы стационарные лаборатории, которые представляют собой комплекс цехов, специализированных по различным направлениям лабораторных исследований.

В основе комплексного исследования сырья лежит цех пробоподготовки, в котором, поступающий в лабораторию материал обрабатывается в зависимости от конкретных требований заказчика, определяющих объем исследований.

После пробоподготовки пробы распределяются по цехам для соответствующего анализа.

Стационарная лаборатория состоит из следующих подразделений:

1. Хим. лаборатория

2. Лаборатория спектрального анализа

3. Лаборатория рентгеноспектрального и рентгеновского анализа.

Эти три подразделения занимаются изучением качественного и количественного состава сырья различными физ. – хим. методами.

4. Минерало - петрографический кабинет выполняет минеграфические виды анализа.

5. Гидрогеологическая лаборатория изучает химический состав воды.

6. Инженерно – геологическая лаборатория выполняет анализы по изучению физических свойств горных пород.

7. Лаборатория нерудного сырья изучает вещественный состав нерудных ПИ.

8. Угольная лаборатория занимается изучением технологических и петрографических свойств углей.

Контрольные вопросы:

1. Что изучает предмет?
2. Какие условия предъявляются к лабораторным исследованиям в последние годы?
3. С какой целью проводят лабораторные исследования?

Урок № 2. Тема: Лабораторные методы

План:

1. Аналитические методы анализа проб.
2. Ядерно-физические методы анализа горных пород.

При изучении минералов, руд и горных пород широкое применение получил **эмиссионный спектральный анализ**, благодаря невысокой стоимости его проведения, высокой производительности и чувствительности (в пределах $n \cdot 10^{-2}$ – $n \cdot 10^{-6}$ %). Для спектрального анализа необходимы навески массой от 10 до 100 мг. Анализ минерального вещества производится по его спектру, возбуждаемому с помощью горячих источников света (электрической дуги, искры, газовой горелки и др.). При этом получают линейчатые, полосчатые и сплошные спектры. Сплошной спектр является помехой для анализа и обусловлен свечением раскалённых твёрдых частиц или присутствием свободных электронов. Полосчатый спектр обусловлен изменением энергии молекул, он редко используется при элементарном анализе, но может быть использован для анализа щелочноземельных и редкоземельных элементов, которые образуют в условиях анализа прочные молекулы. Для определения большого количества химических элементов, присутствующих в пробах, используют линейчатые спектры ионизированных химических элементов. Количественный спектральный анализ позволяет определять до 20 химических элементов из одной навески, а

полуколичественный анализ – до 50–70 элементов. Для повышения чувствительности анализа используют предварительную химическую обработку проб; для этого определяемые элементы концентрируют методами осаждения, соосаждения, экстракции, ионного обмена и другими способами, что позволяет повысить чувствительность анализа в 10–30 раз, а иногда в 100 раз.

Для анализа минералов в шлифах и аншлифах применяют **лазерный эмиссионный анализ**. К эмиссионному анализу близок **атомно-абсорбционный анализ**, основанный на поглощении излучения элемента невозбужденными атомами того же элемента. Для наблюдения поглощения устанавливают источник зондирующего излучения. О содержании химического элемента судят по изменению интенсивности спектральных линий. Атомно-абсорбционным анализом определяют Mo, Zn, Sn, Bi, Ag, Cu, Ni, Co. Разработана методика определения ртути атомно-абсорбционным методом, основанная на переводе восстановленной до металла ртути в водный раствор, а затем из раствора – в газовую фазу и определения её концентраций в газовой фазе.

Для определения тантала используют **сцинтилляционный метод эмиссионного анализа**, который позволяет определять истёртые пробы, вдувая в дуговой разряд вещество пробы и регистрировать импульсные вспышки испаряющихся элементов сцинтилляционным датчиком.

Рентгеноспектральный метод позволяет анализировать состав твёрдых, жидких и газообразных веществ без их разрушения. Этот метод является экспрессным и широко применяется для анализа минерального сырья. Метод основан на облучении вещества катодным пучком электронов результатом которого является возникновение рентгеновского излучения. Рентгеновский анализ осуществляется различными методами:

- по первичным рентгеновским спектрам испарения;
- по вторичным рентгеновским спектрам испускания (флуоресцентный рентгеноспектральный метод);
- по спектрам поглощения (абсорбционный рентгеноспектральный анализ).

Для определения пород и руд метод анализа по первичным спектрам не применяется. Широкое распространение получил **флуоресцентный рентгеноспектральный метод**, при котором исследуемое вещество облучается рентгеновскими лучами. Для проведения анализа необходимы навески массой до 200–300 мг. Чувствительность рентгеноспектрального анализа зависит от концентрации химических элементов в пробе, приёмов проведения анализа, используемой аппаратуры и времени проведения анализа, которое изменяется от 1–3 до 40 минут.

В геологоразведочной практике получили широкое применение ядернофизические методы анализа радиоактивных руд и горных пород, а при анализе нерадиоактивного сырья – рентгенорадиометрический, активационный, фотонейтронный, нейтронно-абсорбционный методы. Ядерно-физический анализ минерального сырья – комплекс методов, основанных на использовании ядерных излучений для количественных определений широкого круга элементов в горных породах, рудах и продуктах их переработки.

По физической сущности ядерно-физический анализ разделяют на 4 группы. К 1-й группе относят методы, основанные на измерении собственно ядерного излучения атомов анализируемых элементов (все разновидности радиометрического анализа), 2-я группа – методы, основанные на измерении искусственного (наведённой) активности анализируемых элементов. 3-я группа – методы, основанные на регистрации излучений, обусловленных взаимодействием внешнего излучения с ядрами анализируемых элементов; нейтронно-радиационный анализ; метод, использующий эффект Мёссбауэра и др. 4-я группа – методы, основанные на измерении излучений, обусловленных взаимодействием внешнего ядерного излучения (преимущественно от радионуклидных источников) с атомами анализируемых элементов (рентгенорадиометрический метод, методы анализа, использующие поглощение или рассеяние γ -квантов анализируемой средой).

По условиям применения ядерно-физический анализ различают: методы, нуждающиеся для своей реализации в стационарном оборудовании (атомные реакторы; ускорители заряженных частиц), специально оснащённых помещениях, приспособленных в том числе и для проведения радиохимических исследований; методы с компактным аппаратным оформлением, рассчитанные на применение и в условиях полевой лаборатории. К 1-й группе методов относится реакторный нейтронный активационный анализ, Гамма-активационный анализ с использованием различных ускорителей и некоторые другие методы. Важные достоинства этих методов: высокая

чувствительность, возможность одновременного определения многих элементов из одной ультрамалой навески пробы. Методы с применением радионуклидных источников излучений и компактной анализирующей аппаратуры включают рентгенорадиометрический метод анализа, Фотонно -нейтронный и активационный методы с использованием радионуклидных источников, методы, основанные на рассеянии или поглощении различных видов ионизирующих излучений анализируемой средой, и др. Эти методы характеризуются высокой производительностью и большой экспрессностью, мобильностью и экономичностью анализирующей аппаратуры, простотой проведения анализа, возможностью выполнения анализов непосредственно на объектах геологоразведочных работ.

Урок № 3. Тема: Лабораторные методы. Химические и физико-химические методы анализа.

План:

1. Химическая диагностика минералов.
2. Физические методы анализа пород.

Химическая диагностика минералов — очень сложный процесс. Можно использовать как сухой анализ, так и анализ мокрым способом. Однако самая простая и удобная методика для исследователя — это качественный анализ минералов с помощью паяльной трубки и газовой горелки. Геологоразведчики широко используют метод паяльной трубки, так как с его помощью можно легко определять некоторые из наиболее важных рудных минералов. Этот прибор представляет собой обычную металлическую трубку, вводимую в пламя, богатое углеродом. Исследователь дует в трубку, создавая тем самым поток воздуха над горелкой, что обеспечивает высокую температуру пламени. Трубка имеет удобную для работы форму, она обычно снабжена мундштуком и наконечником, который и вводят в пламя.

В лучшем случае источником пламени служит бунзеновская газовая горелка, но можно использовать и обычную парафиновую или стеариновую свечу. При работе с газовой горелкой следует ограничить приток воздуха, чтобы получить светящееся пламя. Прежде всего, пламя паяльной трубки должно быть непрерывным, а для этого надо создать постоянную струю воздуха. Исследователь делает глубокий вдох и выдыхает воздух, надувая при этом щеки. Вдыхание через нос обеспечивает последующую бесперебойную подачу воздуха в трубку, а язык регулирует поступление его из легких, частично перекрывая гортань в случае необходимости.

Максимальная температура пламени паяльной трубки достигает 1500°C . Испытание минералов связано с определением степени их плавкости при этой температуре. Небольшой кусочек минерала помещают в пламя трубки (наиболее горячий слой пламени находится на внешней стороне видимой его части); при этом наблюдают за характером и скоростью плавления минерала. Одни минералы быстро плавятся, другие оплавляются только по краям, в некоторых случаях оплавления вообще не происходит. Способность к плавлению в пламени паяльной трубки получила название плавкости минерала. Например, кварц является практически неплавким минералом, стибнит же легко плавится даже в пламени обычной свечи.

Для извлечения металлов из руд и получения окислов используют брикеты древесного угля. Такой брикет предварительно раскаляют на пламени и помещают порошок испытуемого минерала в небольшую лунку на поверхности угля. Для ускорения реакции в некоторых случаях используют флюс, смешивая его с порошком минерала в пропорции 2:1. Серебро образует блестящий белый шарик без каких-либо налетов на поверхности; для его извлечения пользуются восстановительной смесью. Поскольку сходные шарики образуют и другие металлы, их растворяют в азотной кислоте, куда затем добавляют соляную; в отличие от других металлов, при наличии серебра должен выпасть белый осадок — хлорид серебра (AgCl). Свинцовый шарик — легкоплавкий, серого цвета, блестящий в восстановительном пламени и ионизирующий в окислительном. Свинец восстанавливается раскаленным добела древесным углем. Если шарик свинца растворить в азотной кислоте, добавив затем серную

кислоту до полного его растворения, в осадок выпадет белый сульфат свинца. Окислы хрома окрашивают окислительное пламя в желтоватый оттенок, а восстановительное — в изумрудно-зеленый (если флюсом служит бура). Соединения марганца при участии буры придают окислительному пламени фиолетовый оттенок и не окрашивают восстановительное. Если мы имеем дело с ураном, то в случае использования буры мы получим в окислительном пламени желтый цвет, в восстановительном — бледно-зеленый. С участием фосфорной соли образуется соответственно зеленовато-желтая и изумрудно-зеленая окраска. Кобальт во всех случаях окрашивает пламя в синий цвет. При сухом химическом анализе обычно используются следующие реактивы: бура и фосфорная соль; окись меди, дающая хорошую реакцию в пламени для выявления хлора; йодистый калий и сера — на определение висмута, свинца и других металлов (эту смесь обычно называют висмутовым флюсом).

При химическом анализе мокрым способом. В качестве растворителя берут соляную кислоту. Азотную и серную кислоты применяют как в концентрированном, так и в разбавленном виде. Еще раз учтите, что для получения водных растворов надо кислоту вливать в воду и никогда нельзя добавлять воду в концентрированную кислоту во избежание очень опасного разбрызгивания. Оксалат аммония используется как реактив на определение кальция, а водный раствор фосфата натрия — на выявление магния. Молибдат аммония применяют для определения фосфатов, азотнокислое серебро — для обнаружения хлора, диметилглиоксим — для выявления никеля, а перекись водорода — для установления титана.

Физические методы анализа пород могут быть подразделены на несколько основных направлений. Методы, применяемые при изучении структур, полиморфизма пород: рентгеноструктурный анализ, электронография, электронная микроскопия с микродифракцией электронов, электронный парамагнитный резонанс (ЭПР), ядерный магнитный резонанс (ЯМР), инфракрасная спектроскопия (ИКС) и др. Методы, применяемые при исследовании типоморфных особенностей минералов: различные методы оптических исследований в области видимого света, в ультрафиолетовых и инфракрасных лучах, электронная микроскопия, определение магнитной восприимчивости и др. магнитных свойств, диэлектрической проницаемости, электропроводности, электрокинетического потенциала, скорости распространения ультразвука, люминесцентный анализ и др. Методы, применяемые для выделения мономинеральных фракций: магнитная, электромагнитная и электростатическая сепарация, разделение по плотности и размеру и др. Методы, применяемые для подготовки минералов к различного рода анализам: ультразвуковая дезинтеграция, диспергирование, электрофорез (электроосмос), центрифугирование, а также относятся также различные методы изучения радиоактивности и явлений, связанных с распадом элементов, и термический (а также термолюминесцентный) фазовый анализ (физ.-хим. метод), позволяющий изучать фазовые превращения в минералах при нагревании (и охлаждении), характер воды в минералах и по этим характеристикам дополнять данные о их типоморфных особенностях.

Из физико-химических методов наибольшей простотой и распространенностью отличаются методы термоанализа. Эти методы применяются для фиксирования термических эффектов, происходящих в исследуемом веществе при его нагревании. Метод исследования заключается в равномерном нагревании минерала и записи показаний термопары, в него погруженной. Изменение температуры изображается в виде кривой, расшифровка которой производится путем химического анализа продуктов, получающихся после нагревания, оптического и рентгенометрического изучения их и путем сравнения их с кривыми нагревания чистых веществ, молекулы которых могут находиться в исследуемом веществе. Все большее значение приобретает спектральный и рентгеноспектральный анализ, а также кристаллохимический и рентгенометрический анализы. Кристаллохимический анализ, исходя из изучения внешних форм кристаллов, позволяет выяснить химический состав вещества и составить наиболее вероятное представление о его структуре. Рентгенометрический анализ служит для исследования внутренней структуры

минерального вещества.

Урок № 4. Тема: Основные методы, используемые при лабораторных исследованиях нерудных полезных ископаемых. Методы определения физико-механических свойств руды и горных пород.

План:

1. Геолого-минералогические методы поиска полезных ископаемых.
2. Минералого-геохимический метод шлихового анализа.
3. Задачи лабораторных исследований нерудных полезных ископаемых.
4. Обработка проб.

Геолого-минералогические поиски месторождений твердых полезных ископаемых основаны на визуальном выявлении и прослеживании ореолов и потоков механического рассеяния, в зависимости, от характера которых выделяются:

- валунно-ледниковый
- валунно-обломочный
- шлиховой методы.

К геолого-минералогическим методам относятся также минералого-петрологические и минералогические исследования, направленные на изучение околорудных метасоматитов, вкраплено-прожилковой минерализации и картирования кристалломорфических свойств минералов. Все они не имеют самостоятельного поискового значения и используются в комплексе со специализированным геологическим картированием или другими видами геологоразведочных работ. С помощью валунно-ледникового метода обнаружены многие месторождения рудных и нерудных полезных ископаемых. Он заключается в поисках рудных валунов и валунов-спутников в нижних горизонтах донных морей. Обломочный метод основан на изучении аллювиальных, делювиальных и элювиальных ореолов механического рассеяния. Сущность его заключается в обнаружении в отложениях обломков руды или сопутствующих минералов-индикаторов и прослеживании их вплоть до коренного выхода руды. Шлиховой метод заключается в систематическом шлиховом опробовании рыхлых отложений, изучении состава шлихов, прослеживании и оконтуривании шлиховых ореолов рассеяния и выявлении по ним коренных и россыпных месторождений полезных ископаемых.

Шлихами называются концентраты, получаемые путем промывки рыхлых отложений, а также измельченных горных пород и минеральных скоплений. Шлиховой метод применяется для поисков полезных минералов, обладающих большой плотностью, механической прочностью и устойчивостью в поверхностных условиях. К этим минералам относятся золото, минералы платиновой группы, касситерит, алмаз, вольфрам, колумбит, шеелит, киноварь и ряд других минералов (*табл. 2.5.1*). Вблизи коренных выходов рудных залежей в шлихах отмечаются и нестойкие минералы, например сульфиды.

Таблица. Главнейшие минералы шлихов

Минерал	Плотность d, г/см ³	Фракция
Магнетит	4,9-5,2	Магнитная
Ильменит	5,0	Электромагнитная
Лимонит	3,6-4,0	
Хромит	4,1-4,9	
Вольфрамит	6,7-7,5	
Колумбит-Танталит	5,15-8,2	
Гранаты	3,4-4,3	
Пироп	3,5-3,8	

Монацит	4,9-5,5	Немагнитная тяжелая
Рутил	4,2	
Циркон	4,2-4,86	
Бадделеит	5,5-6,0	
Апатит	3,13-3,23	
Корунд	3,95-4,1	
Касситерит	6,8-7,1	
Шеелит	5,8-6,0	
Пирит	4,95-5,1	
Золото	15,6-19,3	
Кварц	2,65	Немагнитная легкая
Полевые шпаты	2,5-2,76	

Отобранные шлиховые пробы массой от нескольких десятков до ста и более килограммов (в зависимости от гранулометрического состава опробуемых отложений, вида и состава полезных минералов) подвергаются обогащению посредством промывки в лотках, промывальных устройствах и приборах. Пробы промываются до получения шлихового концентрата шлиха. Полученные шлихи взвешиваются, разделяются на фракции по крупности зерен, минералы мелкой фракции подвергаются магнитной, электромагнитной и гравитационной сепарации. Участки проявления аномальных концентраций рудных минералов выделяются по результатам оптического (под биноклем и микроскопом) определения минералов в полученных фракциях шлихов и их диагностики с применением микрохимического, люминесцентного анализов и других методов. При этом описываются кристаллографические характеристики минералов, наличие сростков с другими минералами, степень окатанности зерен, изучаются ассоциации и химический состав минералов. Исходный вес или объем промываемой пробы, вес полученного шлиха и результаты количественного определения составляющих их минералов пересчитываются на содержание ценных компонентов на кубометр или тонну рыхлых отложений.

В последние годы на стадии общих и детальных поисков используется шлиховой *минералого-геохимический метод*, являющийся разновидностью шлиховых методов поисков. Сущность метода заключается в изучении состава и особенностей распределения рудных элементов и элементов-примесей в окорудном пространстве по результатам анализа шлиха, его отдельных фракций или отдельных минералов. Выявление аномальных участков основывается на изучении минералов-концентраторов рудных элементов и гидрооксидов. Минералы-концентраторы (гранаты, пироксены, амфиболы, турмалин, пирит и др.) характеризуются повышенными (в 50 — 100 и более раз) содержаниями искомых элементов. Они дают возможность проводить шлихо-геохимические поиски по шлихам, в которых отсутствуют промышленно-ценные рудные минералы.

Энергетичным сорбентом рудных элементов являются гидрооксиды железа (лимонит), образующиеся при окислении руд и содержащие в 100— 1000 раз больше рудных элементов, чем лимониты, отобранные из безрудных участков. Минералогическому и геохимическому анализу подвергаются все шлихи, отмываемые при проведении поисковых работ. После промывки пробы легкая фракция отделяется в бромформе, тяжелый остаток разделяется на магнитную, электромагнитную и неэлектромагнитную фракцию. Контрастность аномалий резко увеличивается, если анализируется не весь шлих, а отдельные его фракции — концентраторы рудных элементов. Поисковая информативность анализа фракций зависит от типа искомого месторождения и их типового минерального состава. В частности, для поисков золоторудных месторождений, на которых одним из главных минералов-концентраторов золота является пирит, геохимическому анализу подвергается неэлектромагнитная фракция. Если пирит окислен и замещен гидрооксидами железа, то в первую очередь анализируется электромагнитная фракция. Эту фракцию необходимо анализировать и при поисках полиметаллических руд скарнового типа. Сочетание в одном методе минералогической и геохимической информации существенно увеличивает достоверность и результативность поисков. Метод может применяться при поисках коренных месторождений благородных, цветных и редких металлов, сопровождающихся ореолами пиритизации. Особенно широкое применение метод находит при поисках месторождений, не

выходящих на поверхность, а также при поисках месторождений, не сопровождающихся шлиховыми ореолами рудных минералов, устойчивых в зоне окисления (например, сульфидных). Рудные объекты сопровождаются комплексными шлихогеохимическими ореолами Au, Ag, As, Sb, Bi, Pb, Zn, Cu, Ba и других элементов, которые в зависимости от масштабов оруденения прослеживаются на расстояния от сотен метров до 1—2 км от месторождения. Содержания ореолообразующих элементов возрастают по направлению к месторождению и вблизи месторождения в 100 и более, раз превышают фоновые. Глубинность метода соответствует глубине расчленения рельефа. Применение шлихового минералого-геохимического метода показало его высокую эффективность в различных ландшафтно-геохимических условиях. В результате спектрального анализа электромагнитной фракции шлихов выявлены шлихо-геохимические ореолы — положительные (Au, Ag, As, Sb, Cu, Pb, Zn) и отрицательные (Co, Mo).

Лабораторные исследования объединили в себе практический опыт научных подразделений различных институтов в области испытания физико-механических свойств минерального сырья, руд и продуктов их переработки (концентраты, промпродукты, хвосты, шламы, шлаки и т.д.), строительных материалов, щебня, гравия из плотных горных пород и отходов промышленного производства.

Лаборатории проводят научно-исследовательские работы в области дробления, измельчения, сгущения и фильтрации материалов, а также их окускования (агломерация, окатывание, брикетирование). Также они располагают оборудованием для испытания качества агломерата, окатышей, брикетов, используемых в черной и цветной металлургии.

Имеющийся парк научно-исследовательского оборудования позволяет выполнять:

- отдельные опыты с целью изучения свойств и подтверждения соответствия продукции параметрам, регламентируемым в нормативной документации;
- разработку и опробование специальных мероприятий по достижению требуемого качества продукции.
- Оборудование лаборатории физико-механических испытаний.

ОПРОБОВАНИЕ МЕСТОРОЖДЕНИЙ полезных ископаемых - процесс изучения качественного и количественного состава и свойств, слагающих месторождение природных образований.

Результаты служат основанием для выделения и оконтуривания промышленно ценных скоплений, природных и технологических типов и сортов полезных ископаемых, подсчёта их запасов, ведения геологоразведочных и эксплуатационных работ, выбора способа переработки минерального сырья, определения потерь и разубоживания, принятия мер для лучшего использования недр и борьбы с загрязнением окружающей среды, решения ряда других задач.

Процесс опробования месторождений разделяется на три этапа: отбор проб, их обработка и анализ (испытание). Отбор проб производится в обнажениях, различных горных выработках и буровых скважинах, как в естественных залеганиях, так и из отбитых или складированных масс.

Выделяются три группы способов отбора проб в горных выработках: точечные, линейные и объёмные.

Обработка проб включает дробление, перемешивание и сокращение. Дробление (измельчение, истирание) осуществляется дробилками, мельницами и истирателями. Перемешивание производится в механических смесителях или вручную, а сокращение — механическими делителями или вручную (квартованием, вычерпыванием, перелопачиванием и др.). Операции измельчения чередуются с операциями сокращения. При этом проба сокращается до тех пор, пока не достигнет минимально необходимой при данном измельчении массы.

Обработка проб россыпных месторождений заключается в предварительном обогащении песков путём их отмывки до получения шлиха (шлиховые пробы). Этим же методом пользуются при производстве шлиховой съёмки и подготовке фракционных проб для минералогических исследований.

В зависимости от видов минерального сырья и назначения выделяют следующие основные анализы или испытания. Спектральные полуколичественные анализы наиболее широко используются для определения элементарного состава природных образований при изучении геохимических ореолов (геохимическое опробование, геохимическая съёмка) и для разбраковки проб. Для определения полного химического состава природных образований, содержания

полезных компонентов и вредных примесей в недрах и добытом минеральном сырье применяются химические (спектральный, количественный) и физические (рентгеноспектральный, рентгенорадиометрический, атомно-абсорбционный, ядерно-физический и др.) методы. Минералогические исследования используют для уточнения минерального и петрографического состава полезных ископаемых и вмещающих пород, содержания и баланса распределения полезных (основных и попутных) компонентов и элементов примесей, связанных с отдельными минералами и определяющих оптимальные технологические схемы переработки сырья и возможность извлечения полезных компонентов, предварительного разделения полезных ископаемых на природные типы и технологические сорта, определения содержания компонентов в рудах, неохваченных химическими анализами, корректировки данных химических анализов проб,

фазовых, фракционных и других анализов при технологических испытаниях проб.

Технические испытания позволяют определять физико-механические свойства полезных ископаемых и вмещающих пород, характеризующие качество отдельных видов полезных ископаемых (качество и размеры кристаллов слюды, кварца, полевого шпата; длину и прочность асбестового волокна; истираемость облицовочного камня и др.), а также свойства, учитываемые при подсчёте запасов и составлении проекта отработки месторождения (объёмную массу, влажность, пористость, разрыхлённость, трещиноватость, устойчивость, вспучиваемость, слоистость и др.). Технологические испытания осуществляются в лабораторных, полупромышленных и промышленных масштабах.

Урок № 5. Тема: Особенности лабораторных методов исследования ископаемых углей.

План:

1. Петрография углей.
2. Общие методы диагностики углей, их применение.

Петрография углей — наука, изучающая вещественный состав ископаемых углей, их структурные и текстурные особенности, а также физические и химические свойства во взаимосвязи с их происхождением и последующими преобразованиями под воздействием различных геологических и геохимических факторов.

Проведёнными исследованиями советских и зарубежных углепетрографов было установлено, что различия в составе и свойствах основных природных групп углей (гумолиты, сапропелиты, сапрогумолиты), макроскопически выделяемых в этих группах литогенетических типов угля и слагающих их микрокомпонентов, являются следствием, прежде всего, различного сочетания таких геолого-генетических факторов углеобразования, как характер исходного материала, условия его накопления, степень обводнённости и химический состав среды, которые в совокупности с микробиологическими процессами, протекавшими в торфянике на поверхности и после его захоронения, определили петрографический состав угля. Этот сложившийся в процессе углеобразования состав в последующем не претерпевал изменений. В то же время структурно-молекулярные преобразования органического вещества под влиянием повышенных температур, давления и времени воздействия этих факторов (углефикация, или метаморфизм углей) сопровождалась изменением химического состава, физических и технологических свойств образовавшихся в начальных стадиях торфе — и углеобразования петрографических компонентов при сохранении их соотношения и пространственного распределения. На основе обобщения углепетрографических (преимущественно описательного характера) исследований разработаны многочисленные генетические классификации ископаемых углей

Петрология углей развивалась в основном в направлении уточнения связей петрографического состава углей с их химико-технологическими свойствами (И. И. Аммосов, И. В. Ерёмин и др.). Предмет петрологии углей — угольные пласты (как геологические тела), а также слагающие их литотипы, микролит типы и микрокомпоненты. Угли изучаются невооружённым глазом и под микроскопом в проходящем, отражённом и ультрафиолетовом свете, используются масляная иммерсия, травление поверхности аншлифов сильными окислителями. Широко применяются количественные методики: подсчёты содержания микролитотипов и микрокомпонентов в аншлифах-брикетах, изготовленных из средних проб, определение показателей отражения, преломления, микротвёрдости, тонкого разделения углей по удельной массе на отдельных

микрокомпоненты (или группы микрокомпонентов), показателей степени выветривания угля и др. Петрологические характеристики широко используются для прогноза теплоты сгорания углей, их спекаемости, коксуетости, обогатимости, пригодности для получения жидкого топлива и других технологических показателей. Данные петрологии углей применяются также для подразделения осадочных пород, содержащих рассеянное угольное вещество, по стадиям их диагенетического и катагенетического изменения, для параллелизации угольных пластов и установления их синонимии при поисковоразведочных работах и решения других практических вопросов изучения угольных месторождений

Угольные пласты, за редким исключением, петрографические неоднородны и имеют полосчатое строение, обусловленное чередованием различных составляющих, хорошо различимых невооруженным глазом.

Петрографический состав лучше всего изучать под микроскопом. Слабометаморфизованные каменные угли (длиннопламенные и газовые), которые отличаются явной полосчатостью, состоят из четырех различающихся по блеску петрографических макроингредиентов: блестящий - витрен, полублестящий - кларен, полуматовый - дюрен и матовый - фюзен*.

Терминология принята от латинских слов: витрен (vitrus) - стеклянный, кларен (clarus) - светлый, дюрен (durus) - твердый, фюзен (fusus) - вытянутый. Витрен и фюзен относятся к простым ингредиентам, кларен и дюрен - к сложным.

Физические свойства углей

В понятие «физические свойства углей» входят: цвет, блеск, удельный вес, плотность (или рыхлость), твердость (или мягкость), хрупкость (или вязкость), излом и др. Отдельность, макроструктуру и видимую текстуру угля также можно рассматривать как физическое свойство.

Физические свойства отражают внутреннюю структуру угольного вещества, которая зависит от исходного растительного материала и условий его превращения, метаморфизма минеральных примесей и характера распределения последних.

Таблица 8.1 Физические свойства гумусовых и сапропелевых углей

Свойства	Гумусовые угли	Сапропелевые угли
Истинный удельный вес органической массы	>1,0	<1,0
Общий характер в кусках	Неоднородный, часто полосчатый	Однородный, неполосчатый
Твердость	Менее твердые	Более твердые
Плотность	Менее плотные	Более плотные
Вязкость	Более хрупкие	Более вязкие
Цвет	Темно-желтый, бурый, темно-бурый и черный	Самая разнообразная окраска (белая, желтая,
Блеск	В стадии бурых и каменных углей часто блестящие	Всегда матовые
Излом	Угловатый. Раковистый только у отдельных	Раковистый

~~Блестящий (сидеритный) тип угля не имеет явного блеска, блеск бледный, полуматовый или сапропелевый~~
 Различают *лигнитовую структуру* бурых углей, сохраняющую ясно видимое древесное строение.

Листоватая структура присуща кутикуловому «бумажному» углю Подмосквовного бассейна и «рогожке» барзасских углей.

Волокнистая структура в виде вытянутых в одном направлении волокон отличает волокнистый уголь (фюзен).

Полосчатая структура представляет собой чередование полосок матового и блестящего угля. Эта структура встречается среди каменных и бурых углей.

Штриховатая структура характеризует неоднородные угли, содержащие, кроме основных составляющих угля, мелкие штрихи, тонкие полосочки другого какого-нибудь ингредиента, например, фюзена или витрена, которые хорошо прослеживаются по вертикальному разрезу образца.

Однородная структура представлена материалом из одного ингредиента без явных включений каких-либо других составляющих угля.

Текстура (сложение) угля определяет характер пространственного расположения и распределения в нем составных частей, вне зависимости от их формы. Сложение угля связано с его вещественным составом. *Слоистость* - признак, определяющий текстуру.

Текстуру следует рассматривать как отклонения или колебания в однородности угля, относящиеся не к образцу или куску угля, а к массе угля в целом;. Текстуры подразделяются на слоистые и массивные (неслоистые).

Слоистая текстура угля связана с неравномерностью в отношении угольного вещества и с изменением условий отложения (сложные пласты), вследствие чего произошла замена растительного материала угля минеральными отложениями в большем или меньшем количестве.

Массивная текстура наблюдается у плотных матовых сапропелевых углей, а также у полубождов. Массивное сложение объясняется наличием однородных условий образования угля.

Зернистая текстура угля принадлежит матовым углям. Зернистость матового угля мелкая. Землистая текстура присуща рыхлым бурым углям.

Эти угли представлены порошкообразной массой, в которой наблюдаются отдельные куски угля, сохранившие древесное строение (лигниты) и включения пирита. Землистая текстура встречается также среди гумусовых сажистых окисленных углей, где наблюдается также плитчатая текстура, образовавшаяся в результате вторичных воздействий на уголь.

К физическим свойствам угля относится также и *отдельность*. Это группа параллельных трещин в кусках угля, не совпадающих с первичной слоистостью. Наблюдаемое при макроскопическом изучении углей свойство раскалываться по определенно ориентированным плоскостям приводит к получению своеобразных по геометрической форме кусков угля, называемых отдельностями. Отдельности образуются обычно при раскалывании угля по плоскости наслоения и по трещинам кливажа.

Методы изучения углей

Большинство встречающихся в природе гумусовых каменных углей и некоторые плотные бурые угли представляют собой внешне неоднородные полосчатые образования. Полосчатыми называются угли, в которых переслаиваются и чередуются в форме полос видимые невооруженным глазом (т. е. макроскопически) различные составные части, называемые обычно макроингредиентами.

Макроингредиенты выделяют по внешним (макроскопическим) отличительным признакам и некоторым физико-механическим свойствам, а также по описаниям под микроскопом. Оба эти метода исследования очень важны для характеристики ископаемых углей.

При макроскопическом изучении углей обычно описываются их основные физические и механические свойства, устанавливаемые по внешнему виду, а также с помощью весьма простых приемов и несложных приспособлений.

Изучение под микроскопом производится, в основном, в проходящем свете в прозрачных шлифах, в которых можно детально рассмотреть микроструктуру угля, установить его составные части (ингредиенты) и слагающее его вещество.

Угли высокой степени метаморфизма, которые не дают прозрачных шлифов, исследуются в полированных шлифах (аншлифах) в отраженном свете. В этом случае о характере деталей строения можно судить по их форме.

Кроме того, при изучении угля под микроскопом делают тонкие срезы (полированные шлифы), которые переносятся на предметное стекло.

Для изучения угля применяется также метод мацерации, при котором сильноокисляющими веществами растворяют легкорастворимые части угля и выделяют более устойчивые части.

Микроскопические исследования позволяют быстро определять вещественный состав отдельных типов углей, который в известной степени является показателем качества угля.

Например, угли, пригодные для сухой перегонки и получения из них дегтя, легко распознаются под микроскопом по наличию в них остатков водорослей, из которых они образовались. По петрографическим признакам можно иногда судить и о степени метаморфизма угля.

Все названные методы взаимно дополняют друг друга и дают в комплексе представление о характере и петрографическом составе исследуемых углей.

С помощью микроскопа удалось установить, что ископаемые угли состоят из так называемых форменных элементов, включенных в основную бесструктурную массу.

В большинстве встречающихся в природе углей чаще всего обнаруживаются комплексы в виде разнообразного сочетания основной массы и форменных элементов. Различают следующие форменные элементы:

1. Лигнинно-целлюлозные, которые состоят из обрывков древесины, коры стеблей, корней и внутренней ткани листьев. Под микроскопом эти остатки растительности непрозрачные, черного, красновато-бурого и реже светло-бурого цвета.
2. Кутиновые форменные элементы - кутикула листьев и оболочки спор - состоят из воска и смолообразных веществ, очень близких между собой по химическим свойствам.
3. Форменными элементами являются остатки водорослей, которые составляют главную массу сапропелитов. Во многих случаях благодаря процессу гелификации клетки под микроскопом не различаются, и сапропелит в этом случае представляет собой однородную массу.
4. Смоляные тела являются остатками смолы растений. Под микроскопом в шлифе они прозрачны, лимонно-желтого цвета, овальной формы. Смоляные тела не имеют структуры и этим отличаются от спор и водорослей.

Все наиболее часто встречающиеся в углях форменные элементы можно разделить по окраске в тонких шлифах на две резко отличающиеся группы веществ: желтые (споры, пыльца, кутикулы, водоросли, смоляные тельца) и черные или черно-бурые (древесные, коровые и листовые ткани).

Основная масса угля (в гуммитах) состоит из гумусовых веществ и растительного шлама (дисперсно раздробленные остатки растений). В тонких шлифах она подразделяется на две разновидности: прозрачную и непрозрачную.

Цвет прозрачной основной массы при рассмотрении в проходящем свете под микроскопом зависит от типа углей, но преобладает окраска от желтой и оранжевой до красной, причем «чистота» оттенков очень изменчива. При рассмотрении в отраженном свете, т. е. и аншлифах, прозрачная основная масса обладает различными оттенками серого и белого цвета.

Различают следующие виды структуры прозрачной основной массы в углях: однородная, хлопьевидная, комковатая и зернистая (разновидность комковатой основной массы). Кроме того, наблюдается различное сложение основной массы. Наиболее характерной является флюидалность - впечатление застывшей текучести.

Непрозрачная основная масса под микроскопом представляется неоднородной и подразделяется на два вида веществ, неодинаковых по своему происхождению и по форме частичек, а именно: непрозрачные осколки (иглолочки) и непрозрачные хлопья. Иголочки имеют признаки древесного строения, а также совершенно черный цвет в тонких шлифах и яркий желтовато-белый цвет - в аншлифах. Хлопья характеризуются отсутствием следов растительных структур и не вполне черным цветом в тонких шлифах. Происхождение хлопьев связано с первоначальным жидким состоянием.

В одном и том же угле можно одновременно наблюдать присутствие прозрачной основной массы и обеих разновидностей евого цвета - полупрозрачная основная масса.

При значительной степени углефикации основная масса будет непрозрачной. В антраците она совершенно непрозрачна. В сапропелитах основная масса угля в шлифе прозрачная, темно-бурая и даже светло-желтая. Примесь гуминовых веществ придает ей светло-коричневую или темно-коричневую окраску.

Химические анализы служат основным методом изучения качества угля.

При химических исследованиях, в зависимости от их назначения, производятся технические и элементарные анализы угля.

Технический анализ - это определение горючих и негорючих частей топлива. В его задачи входит определение влаги W , золы A , летучих веществ Vx' , коксового остатка $K1$, характеризующего спекаемость, серы Sob и теплоты сгорания Q .

Влага ископаемого угля состоит из внешней и внутренней.

Определяется массовая доля общей влаги угля, удаляемой при высушивании до постоянной массы при температуре 105-110 °C, и влаги воздушно-сухого угля, остающейся в нем после

доведения до воздушно-сухого состояния. В общую влагу также не включается поверхностная влага, находящаяся на внешней поверхности частиц измельченного при добыче угля и стекающая при его хранении и транспортировке. Часть общей влаги, удаляемая при высушивании его до воздушно-сухого состояния, называется внешней влагой W_e .

Адекватный, но более стабильный показатель - массовая доля гигроскопической влаги - определяется по воздушно-сухой аналитической пробе угля, доведенной до равновесного состояния с окружающей средой и при относительной влажности воздуха $60 \pm 2\%$ и температуре 20 ± 5 °C.

Абсолютно сухое топливо получают путем высушивания угля при температуре выше 105 °C. При технических анализах определяется влажность воздушно-сухой пробы и делаются пересчеты на абсолютно сухое топливо.

Содержание влаги уменьшается от торфа к бурым, далее каменным углям и к антрацитам.

Зольность — отношение массы неорганического остатка, получаемой в установленных условиях после полного сгорания угля, к единице массы угля.

Зола - смесь минеральных веществ, которые остаются после сгорания всех горючих веществ топлива. Вес золы не равен весу минеральных примесей, заключавшихся в топливе. Считают, что из угля получается на 5 - 10% меньше золы, чем в нем было минеральных примесей.

Причина этого в том, что при сжигании углей карбонаты разлагаются, образуя углекислый газ и окись металла; примеси серного колчедана FeS_2 образуют сернистый газ - SO_2 и окись железа; окиси металлов, в свою очередь, могут поглощать сернистый газ и переходить в сульфаты и т. д.

Зольность угля в лабораторных условиях определяется путем выжигания при температуре 800 ± 25 °C из навески угля горючей его части и удаления летучих соединений. В промышленных условиях сжигания золообразующие компоненты могут претерпевать изменения, при этом выход золы и её состав могут несколько отличаться от определенных лабораторным путем.

Зольность углей исключительно важный и нередко решающий качественный показатель, от которого зависит пригодность угля к использованию. Она колеблется в широких пределах: от 2 - 3 % до 35 - 40 % и более. Граница между углем и углистым сланцем условно принимается при содержании золы выше 40 %. Для сжигания и переработки углей существенное значение имеют химический состав золы и такие ее свойства, как плавкость, вязкость в жидкоплавленном состоянии, абразивность, дисперсность.

Удаление минеральных примесей из углей называется обогащением и осуществляется сочетанием различных механических, физико-химических и других процессов, приводящих к снижению зольности угля. В зависимости от состава зола углей используется в шлакобетонном и цементном производстве, для выработки шамотных изделий и получения окиси алюминия.

В золе нередко содержатся значительные количества редких элементов. Так, например, в 1 т золы, получаемой после сжигания некоторых углей, содержится до 10 г серебра, около 1 г золота и 0,5 г платины. В золе углей обнаруживается также германий и ванадий. Содержание германия в углях достигает от 0,002 до 1,6 %, а ванадия - от 0,001 до 0,003 %. Исследования показали, что германий сосредоточен в основном в витрене, а в фюзене скоплений этого элемента значительно меньше. В золе витрена установлены в заметных количествах окислы некоторых элементов, например TiO_2 (9-15%).

Для ископаемых углей достаточно характерна способность концентрировать в своей минеральной части редкие элементы. Значительное обогащение в золе углей отмечается для следующих элементов: Be, Sr, Ba, B, Se, V, La, Al, Co, Ni, Mo, Pd, Rh, Pt, Си, Zn, Ga, Ge, As, Ag, Cd, Sn, J, Au, Pb, Bi. Наибольшего содержания достигают бор (1 %), германий (до 1,6 %) и бериллий (до 1 %), все остальные встречаются в количестве порядка 0,1, 0,01 и 0,001 %.

Летучие вещества играют большую роль в качественной характеристике угля. Важной особенностью угля является способность его претерпевать термические превращения при нагреве без доступа воздуха до разных температур.

Под летучими веществами ископаемых углей принято понимать смесь газообразных и парообразных веществ, которые выделяются из угля в результате разложения органической массы при нагревании ее (до $t^\circ - 850$ °) без доступа воздуха.

Содержание летучих обычно вычисляется на безводный и беззольный уголь, на так называемую горючую массу.

Выход летучих веществ закономерно уменьшается с ростом степени их химической зрелости. Это особенно хорошо заметно при сопоставлении разных типов каменных углей одного и того же месторождения, например, Куушоки. Поэтому показатель выхода летучих веществ часто принимают в качестве одного из важнейших параметров при построении различных классификаций каменных углей.

Коксовый остаток (королек) представляет собой твердый остаток, содержащий часть органического вещества и золообразующие примеси, который получают после удаления летучих веществ. Чтобы получить количество беззольного кокса, или так называемого связанного углерода, нужно из веса коксового остатка вычесть вес золы.

При определении выхода летучих веществ методом тигельной пробы можно судить в первом приближении о спекаемости. Это свойство весьма важно для промышленной характеристики углей, используемых с целью получения металлургического кокса.

Коксовый остаток может иметь вид порошка, тогда уголь называют неспекающимся. Он может быть представлен также одним куском, в таком случае его называют коксовым корольком и говорят, что уголь спекается. Но степень спекания может быть разная: если в корольке можно различить отдельные зерна или кусочки угля, более или менее сцементированные сплавленной массой, то королек называют слипшимся, а уголь плохо спекающимся. Если же получился пористый сплошной однородный коксовый королек, то его называют спекшимся, а уголь - спекающимся. Слабоспекающийся уголь дает очень непрочный королек: при легком нажиме он рассыпается.

Спекаемость углей может изменяться в широких пределах в зависимости от метаморфизма углей, а также от соотношения между витреновыми, споровыми и фюзеновыми веществами. Спекаемость увеличивается, при прочих равных условиях с увеличением в углях ви-трена и спор.

Сера входит в состав различных сернистых соединений, содержащихся в ископаемых углях, и не зависит от метаморфизма последних.

Наличие сернистых соединений в углях оказывает настолько большое влияние на их свойства, что во многих случаях этот показатель является решающим при установлении пригодности углей для различных видов практического использования. Именно поэтому определение сернистости входит в число показателей технического анализа угля и является обязательным для их характеристики.

Важнейшим показателем сернистости углей является так называемая общая сера (S). При повышенном содержании серы дополнительно определяются величины массовой доли ее разновидностей: сульфидной S^d , сульфатной S^dSO_4 и органической S^o .

При сгорании серы образуется сернистый газ, который с водой образует серную кислоту, разъедающую стенки котлов. Наличие серы в коксе повышает расход руды и снижает производительность доменной печи.

Принята следующая промышленная группировка углей по сернистости:

- I группа - малосернистые угли с содержанием серы от 0,5 до 1,5 %;
- II группа - среднесерийные угли с содержанием серы от 1,6 до 2,5%;
- III группа - сернистые угли с содержанием серы от 2,6 до 4,0%;
- IV группа - высокосернистые угли с содержанием серы более 4 % .

Содержание *фосфора* определяется в пересчете на сухую массу угля P^d ; обычно оно не превышает 0,05%. При энергетическом использовании углей присутствие фосфора практического значения не имеет. Массовая доля его в углях лимитируется при получении специальных сортов доменного кокса, в антрацитах - при производстве карбида кальция.

Теплота сгорания. Теплотой сгорания углей называется количество тепла, выделяемое при полном сгорании единицы их веса. Обычно за единицу веса считают 1 кг, и количество тепла выражают в калориях.

Теплота сгорания определяется на рабочую массу (Q_p), на абсолютно сухую массу (Q_c), на аналитическую пробу (Q_a) и на горючую массу (Q_r).

В научной и промышленной практике пользуются специальной калориметрической бомбой. Определение удельной теплоты сгорания производится замером количества тепла, выделяемого единицей массы угля при полном сгорании его в калориметрической бомбе в среде сжатого кислорода в установленных стандартных условиях.

Для бурых углей теплота сгорания обычно не превышает 4500 ккал/кг, для коксующихся углей составляет 8600 - 8750 ккал/кг, а для антрацитов - 8200 - 8500 ккал/кг.

С ростом степени метаморфизма углей теплота сгорания вначале возрастает и достигает максимума у коксовых и отошенных спекающихся углей, а затем снижается к тощим углям и антрацитам (рис. 8.6). Это объясняется тем, что у коксовых углей имеется благоприятное соотношение углерода и водорода. Теплота сгорания углей сапропелевого происхождения выше, чем гумусовых.

Для сопоставления разных видов топлива с точки зрения их ценности как источника тепловой энергии введено понятие условного топлива, являющегося эталоном для сравнения топлива. В качестве такого

эталона принято топливо с теплотой сгорания рабочей массы, равной 7000 ккал/кг.

Элементарный анализ. Элементарный анализ производится с целью определения количественного соотношения (в %) элементного состава вещества углей. При этом определяют содержание углерода, водорода, кислорода, азота и органической серы, иногда определяют содержание фосфора, имеющего важное значение для установления качества коксующихся углей.

Углерод определяет теплоту сгорания углей. Содержание его (на органическую массу) в углях различно и зависит от степени их обуглероживания. В бурых углях содержание углерода составляет в среднем 60 - 75%, в каменных углях - 75 - 91 %, у антрацитов - до 99 %.

Водород повышает теплоту сгорания углей, так как при сгорании водорода выделяется теплота в 4,2 раза больше, чем при сгорании углерода. Содержание водорода снижается от бурых углей (4 - 6 %) к антрацитам.

В сапропелитах количество водорода достигает 7-9% и даже 11%.

Кислород убывает от бурых углей (10 - 30 %) к антрацитам, где его содержание всего 1 - 2 %. В торфе кислорода содержится около 40 %.

Азот по содержанию в углях колеблется от 1 до 3 % с заметным его уменьшением по мере повышения степени углефикации углей. В гумусовых углях азота содержится больше, чем в сапропелевых.

Сера органическая химически связана с углем, так как входит в состав растений, из которых образовался уголь.

Фосфор содержится в углях различных бассейнов и угольных пластов очень неравномерно. Фосфор является очень вредной примесью в коксующихся углях, так как он из кокса полностью переходит в чугун и резко снижает его качество. Для металлургии содержание фосфора в коксующихся углях должно быть не более 0,03 %.

Выход летучих веществ - масса летучих компонентов разложения единицы массы угля при его нагревании без доступа воздуха в установленных стандартом условиях. Летучие продукты представлены первичным дегтем или каменноугольной смолой, газами и водой. Пересчитанный на сухое беззольное состояние угля выход летучих веществ V^{daf} , отражая вещественный состав угля и степень его углефикации, является одним из основных классификационных показателей марочной принадлежности углей.

Для снижения искажения значений выхода летучих веществ за счет неорганических примесей определение их для классификации углей производится на пробах угля с зольностью A^d не более 10%; при более высокой зольности материал проб подвергается предварительному обогащению.

Выход смол устанавливается при определении выхода продуктов полукоксования деструкцией угля при температурах 500-550 °С без доступа воздуха. Используется для оценки угля как сырья для полукоксования и как показатель его поведения в других технологических процессах, а также в ряде промышленных и химико-технологических классификаций топлива.

Выход гуминовых кислот из бурых и окисленных каменных углей определяется путем их щелочной экстракции. Используется для оценки степени окисления каменных углей и установления пригодности бурых и окисленных каменных углей для производства углещелочных реагентов, гуминовых удобрений и других целей.

Содержание битумов производится бензолом или четыреххлористым углеродом. Последующим селективным растворением из битумного экстракта выделяются вещества двух основных групп и ряда подгрупп. Наиболее ценная часть битумов восковая - монтан-воск B_w . Повышенное содержание восков в битумах характерно для слабоуглефицированных углей палеоген-неогенового возраста.

Механическая прочность - способность угля сохранять размер кусков при ударах и истирании. Изучается для углей, предназначенных для газификации, производства электродных и литейных термоантрацитов и использования как энергетического топлива на судах речного флота. Показатель механической прочности - остаток массы кусков определенной крупности от массы испытуемой пробы после испытания дробимости угля во вращающемся барабане. Механическая прочность устанавливается также методом толчения-дробления пробы угля гирей, сбрасываемой с постоянной высоты, и последующего определения объема образующейся мелочи.

Технологическое изучение углей. Кроме петрографических и химических исследований углей, проводят и их технологическое изучение, т. е. изучение их свойств на пригодность и возможность использования в различных отраслях промышленности.

В основном, технологические исследования углей проводятся для установления способности их коксования. Уголь дает металлургический кокс самостоятельно или в смеси (шихта).

Технологическое изучение углей проводится также на способность их обогащаться, брикетироваться, на получение из них жидкого топлива или с целью их газификации. Для технологических исследований и испытаний, проводимых в заводских промышленных установках, требуется большое количество угля, которое отбирается по специальным заданиям.

Лабораторная работа. №1

Тема: Составление схемы обработки проб ПИ для химического анализа. Ознакомление с содержанием журналов приема и выдачи результатов анализа.

Цель: Изучить методы составления схемы обработки проб полезных ископаемых для химического анализа, а также с правилами приема и выдачи результатов анализа.

Количественный химический анализ минералов, руд, и горных пород является одним из наиболее сложных видов анализа вследствие большого числа, содержащихся в них элементов колеблется от ничтожно малых количеств до 10 %. Широкое распространение получили физико-химические методы анализа.

Выбор метода анализа зависит, прежде всего, от состава анализируемого вещества и от содержания главных компонентов и примесей.

Обычно для выполнения полного анализа необходимо 4-5 грамм вещества. Если отбор пробы для полного анализа затруднен, применяют методы микрохимического анализа.

Классические методы анализа:

- 1) весовые
- 2) объемная
- 3) колориметрические
- 4) электрохимические

Обычно в ходе анализа определяется следующие компоненты: **SiO₂, TiO₂, ZnO, Al₂O₃, Fe₂O₃, Cu₂O₃, V₂O₅, FeO, MnO, CoO, MgO, CaO, Na₂O, K₂O, H₂O, H₂O⁺; реже CO₂, F, Cl, B, P₂O₅.**

Полуколичественный анализ с повышенной точностью определения пи.

Применяется при поисковых работах на определении ПИ – АИ, касситерит и др.

С помощью более дробного фракционирования полезные минералы концентрируются, либо в чистые фракции, либо существенно обогащаются в какой – либо определенной фракции. Для этого применяют дополнительную электромагнитную или электрическую сепарацию.

Количественные определения:

- визуально
- метод подсчета зерен на единице S

Визуальный метод – дополнительное фракционирование ведёт к концентрации полезных минералов или индикаторных их спутников в отдельной фракции.

Подсчет зерен на единицу S – фракцию, засыпают на стекло равномерным слоем в одно зерно, и, вставив в одну из труб бинокулярного микроскопа специальный окуляр с сеточкой производят подсчет. Подсчитав общее число зерен всех минералов и отдельно число анализируемого вещества. Подсчеты производят в 5 – 6 разных участках фракции и выводят среднюю арифметическую. Затем рассчитывают в % содержание анализируемого минерала по отношению к общему числу зерен, принимаемому за 100 %.

Точность анализа возрастает, но допускается ряд ошибок – не учитываются различия в размерности зерен и плотности минералов.

СХЕМА АНАЛИЗА ДЛЯ СИЛИКАТНЫХ МИНЕРАЛОВ И ГОРНЫХ ПОРОД.

Навеску разлагают плавлением с карбонатом натрия. Сплав обрабатывается водой и соляной кислотой. Выделенный SiO отфильтровывают, прокаливают и взвешивают. Обрабатывают HF + H₂SO₄ и снова взвешивают. Кремнекислоту вычисляют по разности. Небольшое количество кремнекислоты, оставшееся в растворе, захватывается осадком.

Если присутствуют элементы, осаждаемые сероводородом, их удаляют. В фильтрате осаждают аммиаком, уротропином Al, Fe, Ti, Zn, F.

В растворе остаются Ca, Mg, и щелочные металлы. Осадок, содержащий сумму полуторных окислов, прокаливают, взвешивают, сплавливают с приросульфатом калия и определяют входящие в его состав компоненты.

Общее содержание Fe определяется объёмным или колориметрическим методом.

Ti - колориметр

Al – по разности поля определяют фосфор, цинк, и другие элементы.

В фильтрате поля осаждения полуторных окислов определяют Са объёмным методом, осаждая его в виде оксалата и Mg – весовым методом в виде фосфата.

Комплексометрия

Один из разделов объёмного анализа, который в качестве титрующего агента применяет комплексон (трилон В).

Комплексообразователи, применяемые для связывания мешающих ионов, называются маскирующим средством.

В комбинации с колориметрическим объёмным и пламенно фотометрическим методами разработаны 2 схемы экспресс анализа силикатных и карбонатных минералов и пород.

По первой схеме навеску сплавляют содой (Na_2CO_3) из соляно – кислого раствора выделяют кремниевую кислоту с применением желатина. Или однократным упариванием соляной кислотой и определяют ее весовым методом. Из фильтра выделяют уротропина гидроокиси Al, Fe, и Ti.

В осадке после растворения его в соляной кислоте определяют железо комплексометрически или фотометрически, оставшуюся в растворе с SiO_2 колориметрически.

В фильтре, после определения осадка гидроокиси определяют кальций, магний комплексометрически и марганец фотоколориметрически.

По второй схеме анализируют две навески: одну сплавляют с $\text{KOH} + \text{Na}_2\text{O}_2$ (перекись натрия) и определяют SiO_2 и Al; во второй навеске её разложение $\text{HF} + \text{H}_2\text{SO}_4$ определяют все остальные элемент

ОЗНАКОМЛЕНИЕ С СОДЕРЖАНИЕМ ЖУРНАЛОВ ПРИЕМА И ВЫДАЧИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА.

Отбор шлиховых проб в полевых условиях сопровождаются одновременной их документацией. Текстильность и аккуратность документации обеспечивают успех поисков. При отборе шлиховых проб в пикетажной книжке записывают номер пробы, место её взятия, литологический состав породы, её инженерный тип. Важным моментом поисков является глубина отбора проб. Ценным фактическим материалом служат схематические зарисовки различных элементов рельефа с указанием мест отбора проб. На них показывают разрезы естественных обнажений, строение рыхлых образований и др.

Эти данные позволяют выявить возрастные и генетические взаимоотношения между разными типами механических органов рассеяния.

Существенным моментом является этикетирование проб.

При шлиховых поисках в различных географо – климатических зонах промывка шлихов производится неодинаково.

Шлиховую пробу промывают в месте её отбора во время поискового маршрута.

Полученный шлик просушивают, снабжают этикеткой и укладывают в двойной капсюль, на котором указывают место взятия, глубину отбора пробы и объём промытой пробы. При работе в засушенных районах, в горных районах с бурными мелкими ручьями шлиховые пробы транспортируют к водоёмам, где и промывают. Для этого пробы помещают в плотные брезентовые мешки и снабжают этикетками. Если материал влажный, то прикрепляют деревянную дощечку с надписью карандашом номерами проб. В полевых условиях при отборе шлиховых проб составляется карта шлихового опробования, на которой точками наносится места отбора шлихов и их номера. Карта опробования составляется одновременно с отборами проб.

При выполнении шлиховых поисков составляется полевой шлиховой журнал. Журнал шлихов содержит основные сведения, касающиеся отбора шлиховых проб в поле – 1-ая часть, 2-ая часть его заполняются после получения из лаборатории результатов минералогического анализа шлика.

Лабораторная работа. №2

Тема: Отбор и подготовка пробы к анализу

Цель: Изучить методы отбора и подготовки проб полезных ископаемых для химического анализа.

Химический анализ чаще всего начинают с отбора и подготовки пробы к анализу. Все стадии анализа связаны между собой. Тщательно измеренный аналитический сигнал (Н-р, Д, ЭДС, I) не

дает правильной информации о содержании определяемого компонента, если неправильно проведен отбор или подготовка пробы к анализу.

В большинстве случаев именно отбор и подготовка пробы к химическому анализу лимитирует надежность и, в целом, качество получаемых результатов, а также трудоемкость и длительность аналитического цикла.

Погрешность при пробоподготовке и отборе часто определяет общую ошибку определения компонента и делает бессмысленным использование высокоточных методов. В свою очередь отбор и подготовка пробы зависят не только от природы анализируемого объекта, но и от способа измерения аналитического сигнала. Приемы и порядок отбора пробы и её подготовки настолько важны при проведении анализа, что обычно приписываются Государственным стандартом (ГОСТ).

Отбор пробы.

Для проведения анализа, как правило, берут так называемую среднюю (представительную) пробу. *Это небольшая часть анализируемого объекта, средний состав и свойства которой должны быть идентичны во всех отношениях среднему составу и свойствам исследуемого объекта.* Различают генеральную, лабораторную, анализируемую пробы.

Генеральная (называемая иногда первичной, большой или грубой) проба отбирается непосредственно из анализируемого объекта. Она достаточно большая обычно 1-50 кг, для некоторых объектов (например, руды) составляют иногда 0,5-5 т.

Из генеральной пробы путем её сокращения отбирают *лабораторную пробу (обычно от 25 г до 1кг)*. Одну часть лабораторной пробы используют для предварительных исследований, другую - сохраняют для возможных в будущем арбитражных анализов, третью - используют непосредственно для анализа (*анализируемая проба*). В случае необходимости пробу измельчают и усредняют. Для анализируемой пробы проводят несколько определений компонента: из отдельных навесок 10-1000 мг (если анализируемый объект - твердое вещество) или аликвот (если анализируемый объект - жидкость или газ). Содержание определяемого компонента в анализируемой пробе должно отражать среднее содержание этого компонента во всем исследуемом объекте, т.е. анализируемая проба должна быть *представительной*. Именно погрешность в отборе пробы часто определяет общую погрешность химического анализа и, не оценив погрешности на этой стадии, нельзя говорить, о правильности определения компонента в анализируемом объекте.

Чем больше материала отобрано для пробы, тем она представительнее. Однако с очень большой пробой трудно работать, это увеличивает время анализа и расходы на него. Таким образом, отбирать пробу нужно так, чтобы она была представительной и не очень большой.

Способы отбора пробы и её величина прежде всего определяются физическими и химическими свойствами анализируемого объекта. При отборе пробы нужно учитывать:

- 1). агрегатное состояние анализируемого объекта (способы отбора пробы различны для газов, жидкостей и твердых веществ);
- 2). Неоднородность анализируемого материала и размер частиц, с которых начинается неоднородность (чем однородное вещество, тем проще отобрать пробу);
- 3). Требуемую точность оценки содержания компонента во всей массе анализируемого объекта в зависимости от задачи анализа и природы исследуемого объекта.

Один из факторов, который нужно учитывать при выборе способа отбора пробы - возможность изменения состава объекта и содержания определяемого компонента во времени.

Отбор пробы жидкостей.

Способы отбора гомогенных и гетерогенных жидкостей различны.

Гомогенные жидкости отличаются высокой степенью однородности, поэтому, способы отбора пробы относительно просты. Пробу гомогенной жидкости отбирают при помощи соответствующих пипеток, бюреток и мерных колб. Отбор пробы из общей ёмкости проводят после тщательного перемешивания. Если по какой-то либо причине жидкость нельзя хорошо перемешать, то отбор пробы проводят на разной глубине и в разных местах ёмкости и, в зависимости от решаемой задачи, пробы анализируют отдельно или перемешивают.

Отбор гомогенной жидкости из потока проводят через определенные, интервалы времени и в разных местах.

Для отбора проб на разной глубине используют специальные проба отборные устройства - батометры различной конструкции. Основная часть батометра - цилиндрический сосуд вместимостью 1 - 3 л, закрывающийся сверху и снизу крышками. После погружения в жидкость на заданную глубину крышки цилиндра закрывают и сосуд с пробой поднимают на поверхность. Место и время отбора жидкости выбирают в зависимости от решаемой задачи.

Пробы гетерогенных жидкостей отбирают не только по объему, но и по массе. Чтобы отобрать пробу, поступают по-разному: в одних случаях жидкость гомогенизируют, в других, наоборот, добиваются полного её расслоения. Гомогенизацию проводят, изменяя температуру, перемешивая жидкость или подвергая её вибрации. Если гомогенизировать жидкость невозможно, то её расслаивают и отбирают пробу каждой фазы, используя при этом специальные пробоотборники с большим числом забирающих камер. Обычно пробу берут после отстаивания смеси жидкостей в чанах или цистернах.

В зависимости от природы жидкости и решаемой задачи при анализе может меняться способ и время отбора пробы, её размер. Размер генеральной пробы жидкости, хотя и меняется в известных пределах, но все же обычно не велик и не превышает нескольких литров или килограммов.

Отбор пробы твердых веществ. При отборе генеральной лабораторной и анализируемой пробы твердых веществ прежде всего возникает вопрос о размере пробы, который должен

обеспечить её представительность. Оптимальная масса пробы обусловлена неоднородностью анализируемого объекта, размером частиц, с которых начинается неоднородность, и требованиями к точности анализа, обычно определяемой погрешностью в отборе пробы.

Зависимость массы представительной пробы от размера (диаметра d) неоднородных частиц проиллюстрирована ниже:

d, мм	40-50	25	10	5	3	2	1
Q, кг	50-3* 10'	10-700	2-100	0,5-25	0,2-10	0,1-5	0,02-1

Для расчета оптимальной массы представительной пробы существует несколько приемов. Часто используют приближенную формулу - Ричердса-Чеччота: $Q = Kd^2$
Где Q- масса пробы обеспечивающая её представительность, кг,
d- наибольший диаметр неоднородных частиц, мм;
K - эмпирический коэффициент пропорциональности, характеризующий степень неоднородности распределения определяемого компонента в материале, меняется в пределах 0,02-1.

Способы отбора генеральной пробы твердого вещества различны для веществ, находящихся в виде целого или сыпучего продукта. При пробоотборе от целого твердого объекта необходимо учитывать, что он может быть неоднороден.

Отбор пробы сыпучих продуктов тем труднее, чем неоднороднее анализируемый объект: в пробе должны быть представлены куски разного размера, полно отражающие состав образца. При отборе сыпучих продуктов массу исследуемого объекта перемешивают и пробу отбирают в разных местах ёмкости и на разной глубине, используя при этом специальные щупы - пробоотборники. Если материал объема транспортируется, то пробу отбирают с транспортера или желоба через равные промежутки времени, при другом способе транспортировки берут на анализ, например, каждую десятую лопату, тачку и т.д.

После отбора генеральной (или лабораторной) пробы твердого вещества осуществляют процесс гомогенизации, включающий операции измельчения (дробления) и просеивания. Пробы, содержащие крупные куски, разбивают в дробильных машинах и мельницах разного типа, меньшие измельчают в шаровых мельницах и специальных

ступках. Для тонкого измельчения используют фарфоровые, агатовые, яшмовые и кварцевые ступки с пестиками из такого же материала. Чтобы избежать потерь в виде пыли, в процессе измельчения периодически делают крупные и мелкие частицы просеиванием, и крупные частицы растирают отдельно.

Следующий этап отбора пробы - усреднение, включающие операции перемешивания и сокращения пробы. Перемешивание проводят механически в емкостях, перекачиванием из угла в угол на различных плоскостях, перемешиванием методом конуса и кольца.

Сокращение пробы - процесс многостадийный, включающий повторное перемешивание и деление. Степень сокращения может быть определена заранее на основании расчета величины генеральной и анализируемой проб, которые получают в результате последовательного уменьшения объема анализируемого объекта.

В процессе отбора и хранения пробы возможны потери определяемого компонента, внесение загрязнений, изменение химического состава. Все это приводит к увеличению общей погрешности анализа. 1. Потери в виде пыли. 2. Потери летучих продуктов. 3. Потери вследствие адсорбции. 4. Химические реакции, меняющие состав. 5. Погрешности, обусловленные внешними загрязнениями.

Подготовка пробы к анализу.

При подготовке пробы к анализу можно выделить 3 основные стадии:

1). Высушивание 2). Разложение 3). устранение влияния мешающих компонентов

Вода в пробах. Высушивание образцов.

Анализируемый образец может содержать

- химически несвязанную воду (адсорбированную на поверхности, сорбированную щелями аморфных веществ, окклюдирующая полостями минералов, руд, горных пород)
- химически связанную воду (кристаллизационная, конституционная вода).

Для правильного установления состава объекта и получения воспроизводимых результатов необходимо *удалить влагу из образца, высушить его до постоянной массы или определить содержание воды.*

Чаще всего анализируемый образец высушивают на воздухе или в сушильных шкафах при относительно высокой температуре (105-120°C) Длительность температуру высушивания образца, зависящие от его природы устанавливают заранее экспериментально. Если особые указания на этот счет в методике отсутствуют, образцы сушат в сушильных шкафах при 110°C в течение 1-2 ч. Иногда используют вакуумную сушку или микроволновое излучение.

Если нужно установить состав первоначально отобранного материала, то следует определить массу, потерянную при высушивании.

Воду можно определять гравиметрически косвенным -или прямым методом, с помощью метода газожидкостной хроматографии и ИК - спектроскопии. В косвенном методе о содержании воды судят по потере массы анализируемой пробы при её высушивании или прокаливании. Прямой гравиметрический метод основан на поглощении выделившейся из образца воды подходящим поглотителем.

Разложение образцов. Переведение пробы в раствор.

Существуют методы анализа, в которых для измерения аналитического сигнала используют анализируемые пробы без предварительного разложения. В большинстве методов анализа требуется предварительное переведение определяемого компонента в раствор.

Способы разложения делят на «сухие» и «мокрые»: к первым относят термическое разложение, сплавление и спекание с различными веществами; ко вторым - растворение анализируемой пробы в различных растворителях. Выбор способа разложения пробы и переведения её компонентов в раствор зависят от нескольких факторов которые необходимо учитывать при обосновании схемы химического анализа. Прежде всего обращают внимание на неорганическую или органическую природы основы объекта (матрицы), химический состав образца, химические свойства определяемого компонента.

Растворение. Растворитель должен растворять пробу быстро, в достаточно мягких условиях и не мешать на последующих стадиях анализа.

Лучший растворитель - вода. Иногда в воду добавляют немного кислоты для предотвращения гидролиза и частичного осаждения некоторых катионов металла; органический растворитель. Для растворения органических соединений применяют органические растворители.

При «мокром» способе разложения пробы часто применяют различные кислоты и их смеси при нагревании в присутствии катализаторов и подбирают сосуды из соответствующего материала.

Выбор «сухого способа» разложения (сплавление, спекание, термическое разложение) определяется задачей и природой объекта.

Термическое разложение - это разложение пробы при нагревании, сопровождающиеся образованием одного или нескольких компонентов газообразной фазы. При разложении анализируемого вещества образуются

промежуточные и конечные продукты, которые характеризуют состав и структуру исходного соединения и могут быть использованы для определения количества.

Сплавление - как метод разложения пробы сухим способом используют при анализе неорганических веществ.

При сплавлении тонко измельченный образец перемешивают с 8-10 кратным избытком реагента (плавня) и нагревают (300-1000°C) до получения прозрачного плава. После охлаждения застывшую массу растворяют в воде или кислотах.

Спекание - основано на высоком химическом сродстве компонентов пробы введенным реагентам, диффузии и реакциях обмена.

Спекание позволяет провести разложение пробы быстрее и проще, способствует уменьшению загрязнений, поскольку при этом используют меньший избыток реагентов и менее высокие температуры.

Спекание проводят обычно со смесью карбонатов щелочных металлов и оксидов магния, кальция и цинка.

Лабораторная работа №3

Тема: Определение содержания полезных ископаемых.

Цели: показать студентам как проводится подсчет рудных минералов в весовых единицах и в процентах.

Оборудование: методики.

Контрольные вопросы

1. Где применяется количественный и полуколичественный анализ?
2. Как проводят количественное определение рудных минералов.
3. В чем выражаются результаты анализа?
4. Как определить % содержания полезных ископаемых в руде?
5. Какие формулы используют для определения рудных минералов?

Ход занятия I.

Организационный момент.

а), цели и задачи

Актуализация.

1. Инструктаж.

Количественный и полуколичественный анализ применяется при исследовании разведочных, промышленных, товарных шлихов, концентратов технологических проб продуктов обогащения, при изучении обогатимости россыпей и т.д. Количественное определение может быть выполнено визуально или методом подсчета зерен на единице площади. Более точные результаты дает подсчет зерен на единицу площади. Для этого фракцию рассыпают на стекле равномерным слоем в одно зерно, и подсчитывают под микроскопом, где окуляр с сеточкой. Проводят подсчет общего числа зерен всех минералов и отдельно число зерен анализируемого минерала. Такие подсчеты проводят в 5-6 участках фракции и выводят среднее арифметическое. Затем рассчитывают в % содержании анализируемого минерала по отношению к общему числу зерен, принятому за 100%.

Пример: На первом участке фракции обнаружено общее число зерен - 15 шт., минерала - 8 шт., на втором участке соответственно 20-3шт., третьем - 16-4 шт., четвертом 18-9 шт., пятом - 25-11 шт. Рассчитать в % содержание анализируемого минерала.

$$1). \frac{15+20+16+15,8+25}{8+4+3+9+11} = 18,85 \quad \text{среднее арифметическое значение}$$

$$8+4+3+9+11=7$$

$$18,8-100\%$$

$$7- X$$

$$X = \frac{7 \cdot 100}{18,8} = 37,2\%$$

Для рудных минералов используют формулу г/м³.

$$X = \frac{P \cdot g \cdot C}{V \cdot p \cdot 100}$$

P - масса шлиха, +г(«100г.) p - масса навески

для анализа, г(4-6г.).

g - масса фракции содержащей исследуемый минерал, - г(2г и менее). C - вычисленное при анализе содержание исследуемого минерала во фракции, %.

V - исходный объем шлиховой пробы, промытой в лотке, м³ (0,01).

Выражение результата анализа г/т.

$$X = \frac{P \cdot g \cdot C}{d \cdot V \cdot p \cdot 100}$$

d - плотность рыхлых песчано-глинистых пород, поступающих на промывку (менее 2,5).

Пример:

В лабораторию доставлена навеска шлиха массой 90г., в результате квартования

для анализа взято 5г., масса фракции составила 1,8г. (стандартные величины:

d=1,2; V=0,01м) C - взять из предыдущего вычисления.

IV. Выполнение задания по вариантам.

Приложение.

1. Определение содержания полезных ископаемых на фракцию.

Вариант	Общее число зерен						Число зерен анализируемого минерала					
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
1	18	15	20	25	8	6	4	2	1	5	3	1
2	25	8	5	6	3	25	8	1	3	2	0	6
3	2	5	6	15	23	17	0	1	1	3	5	6
4	22	11	9	28	31	8	3	5	1	6	8	0
5	13	7	5	4	16	10	4	0	0	1	5	3
6	17	25	18	6	8	-	5	3	6	4	0	-
7	5	8	14	12	18	6	0	1	3	2	5	1
8	8	10	12	5	3	7	1	1	1	1	0	2
9	12	24	13	15	6	24	1	5	1	1	0	5
10	3	8	2	3	7	6	0	3	0	0	5	2
11	10	12	8	6	12	-	2	3	1	0	2	-
12	6	5	19	13	24	-	0	1	5	6	2	-
13	3	22	6	18	22	9	0	7	2	5	5	1

14	7	8	9	10	11	12	0	0	2	2	1	1
15	3	4	5	6	5	4	1	1	1	2	1	1

2. Определение рудных минералов г/т.

Вариант	Масса шлиха, г. P	Масса навески, г р	Масса фракции, г g	Плотность пород, d
1.	75	5,5	1,5	0,9
2.	98	4,2	1,8	1,3
3.	84	5,8	1,9	0,7
4.	92	4,1	1,3	0,8
5.	95	4,8	1,7	1,2
6.	78	5,2	1,6	1,1
7.	55	4,0	2,1	0,7
8.	64	5,5	1,4	1,2
9.	69	5,7	1,8	0,9
10.	72	4,2	2,0	2,2
11.	59	4,8	1,7	1,9
12.	66	4,7	1,6	1,7
13.	83	5,1	1,5	2,1
14.	96	5,6	1,9	1,3
15.	100	5,9	1,3	1,2

1. Исходный объем шлиховой пробы для всех вариантов составляет 0,01 м\
2. Содержание исследуемого минерала во фракции в % - брать данные из предыдущей задачи своего варианта

Лабораторная работа №4

Тема: Методика проведения капельных, пленочных и кристаллоскопических реакций

Цели: Ознокомление с основами химического микроанализа, методикой проведения капельных, пленочных и кристаллоскопических реакций

Оборудование: методики.

Контрольные вопросы

1. Как классифицируются методы анализа?
2. Как проводят микрохимическую диагностику минералов?
3. Как делают пленочные реакции?
4. Как проводят капельные реакции?
5. Как проводят порошковые реакции?
6. Как проводят кристаллоскопические реакции
7. Как проводят пламенные реакции?

1. Инструктаж.

В зависимости от количества исследуемого вещества объема раствора и техники выполнения операций аналитические методы подразделяют на: макро-; микро- и пол) микро методы.

Классификация методов анализа (1955 г.)

Обычное наименование	Новое наименование	Количество исследуемого вещества	
		г	мл
Макроанализ	Грамм-метод	1-10	10-100
Полумикроанализ	Сантиметр-метод	0,05-0,5	1-10
Микроанализ	Миллиграмм-метод	0,001-10 ⁻⁶	0,1-10 ⁻⁴

Ультрамикроанализ	Микрограмм - метод	$10^{-6} - 10^{-9}$	$10^{-4} - 10^{-6}$
Субмикроанализ	Нанограмм - метод	$10^{-9} - 10^{-12}$	$10^{-7} - 10^{-10}$
Субультрамикроанализ	Пикограмм метод "	10^{-12}	10^{-10}

При проведении анализа макрометодом, берут сравнительно, большие количества веществ, например 1-10 г. сухого материала или 10 - 100 мл раствора. При этом реакции выполняют в обычных пробирках; получающиеся осадки отделяют от раствора фильтрованием и промывают их на бумажных фильтрах.

При анализе микрометодом требуется приблизительно в 100-1000 раз меньше сухого вещества или раствора (1 мг сухого вещества или 0,1 мл раствора). Реакции при этом выполняют микросталлоскопическим или капельным методом (или просто на стеклянной пластинке).

Микрокристаллоскопический анализ, предложенный Т.Е.Ловицем (1798), состоит в обнаружении ионов по форме и цвету образующихся при реакции кристаллов, которые рассматривают под микроскопом. Выполняют микрокристаллоскопические реакции обычно на предметных стеклах.

При капельном анализе, предложенном Н.А.Тананаевым (1920) используют реакции, идущие с изменением окраски раствора или с образованием цветных осадков. Обычно на полоску фильтровальной бумаги наносят в той или иной последовательности капли испытуемого раствора и реагентов и наблюдают цвет пятна. Иногда капельные реакции выполняют на часовом стекле, специальной пластинке с углублениями, в фарфоровом тигле. Капельный метод позволяет открывать одновременно несколько ионов, присутствующих в смеси. Капельный метод применяется для дробного открытия ионов. В основу метода положены капиллярно-адсорбционные свойства бумаги. Фильтровальная бумага сильно адсорбирует растворимые вещества, они концентрируются и поэтому чувствительность реакции повышается. В результате проведенной реакции на бумаге получается окрашенное пятно, по окраске которого судят о присутствии того или иного иона.

Благодаря различной адсорбируемости разных ионов они с одним и тем же реактивом образуют окрашенные зоны, располагающиеся на разных расстояниях от центра пятна. Таким образом происходит как бы разделение ионов. Ближе к центру пятна будет находиться наименее растворимое соединение, далее следующее по растворимости и т.д. Следовательно, применяя капельный анализ, можно в некоторых случаях обойтись без разделения мешающих ионов, проводимого в систематическом ходе анализа, т.е. открывать ионы дробным методом.

Техника выполнения капельных реакций проста. Для выполнения реакций используется пипетка с капилляром. Её погружают в исследуемый раствор и дают жидкости подняться на 1-2 мм. Затем пипетку плотно прижимают к фильтрованной бумаге, причем жидкость не должна растекаться.

Применение капельных реакций позволяет сократить время анализа, т.к. при их выполнении не прибегают к длительным операциям.

В результате микрокристаллоскопических реакций при взаимодействии между определяемым ионом и реактивом образуются кристаллы определенной, характерной для данного вещества формы. На выполнение микрокристаллоскопических реакций затрачивается мало времени, они обладают высокой чувствительностью, хорошей наглядностью, позволяющей идентифицировать микроколичества исследуемого вещества. Эти реакции очень чувствительны, используя их, можно открывать десятые доли миллиграмма. Выполняются они на предметном стекле. Предметное стекло, стеклянная палочка должны быть тщательно вымыты и высушены.

Образующиеся вследствие реакции кристаллы приобретают характерную форму только при благоприятных условиях. Кристаллы не должны расти слишком быстро, поэтому реакцию целесообразно проводить со сравнительно разбавленными растворами

Присутствие посторонних веществ может изменить форму кристаллов, что необходимо учитывать при анализе смеси веществ.

На предметное стекло палочкой наносят каплю исследуемого раствора, рядом помешают каплю реактива. Затем стеклянной палочкой аккуратно соединяют обе капли.

Продолжительность времени наблюдения за микрокристаллоскопической реакцией зависит от скорости образования кристаллов, видимых под микроскопом. Скорость образования характерных кристаллов зависит от концентрации раствора, объема исследуемой капли, наличия примесей, техники проведения реакции. Иногда рекомендуют упаривание капли, но делают это осторожно, только до образования каемки. Затем предметное стекло охлаждают. После проведения реакции образовавшиеся кристаллы рассматривают под микроскопом. Покровные стекла для микрокристаллоскопических реакций не применяют.

Промежуточное положение макро- и микроанализом занимает полумикрометод качественного химического анализа. Для получения микроанализа берут исследуемого вещества в 20-25 раз меньше, чем при макроанализе, т.е. около 50 мг сухого материала или 1 мл раствора. При этом сохраняется систематический ход макроанализа с последовательным, разделением на группы и открытием отдельных ионов.

Полумикроанализ позволяет уменьшить расход реактивов, ускорить выполнение определений, избежать загрязнения воздуха лаборатории вредными газами. Среди микроаналитических методов различают, кроме того, ультра микроанализ, субмикроанализ и субультрамикроанализ. Вещества, обнаруживаемые в анализируемом образце, подразделяют на макро-, и микрокомпоненты, в зависимости от их относительного содержания. Макрокомпоненты вещества, содержащиеся в количестве, большем 0,01%, микрокомпонентами - вещества, присутствующие в количестве, меньшем 0,01 %

Микрохимическая диагностика минералов.

Химические методы диагностики минералов широко применяются при определении минералов, входящих в состав шлиховых проб и рудных концентратов. Они основаны на качественном открытии того или иного элемента входящего в состав данного минерала, и служат подтверждением правильности сделанных визуальных определений. При этом химические реакции являются типичными для определяемого элемента.

Открытие элемента совершается почти всегда в присутствии других элементов. Поэтому исход реакции должен гарантировать надежность определения соответствующего химического элемента, все химические реакции в основной своей массе выполняются на предметных или часовых стеклах: в пробирках или фарфоровых тиглях. Для прочтения микрохимических реакций необходимо малое количество вещества (2-3 зерна). Проведение микрохимических реакций требует большой аккуратности. Чтобы получить надежные результаты необходимо:

- брать для исследования зерна чистых минералов, не содержащих включений.
- использовать только чистую посуду;
- все реакции проводить в максимально малых количествах растворов;
- реактивы прибавлять маленькими порциями

В зависимости от способа проведения реакции и от полученных результатов, микрохимические реакции делятся на:

- пленочные;
- капельные;
- порошковые (реакции по методу растирания порошков);
- кристаллоскопические;
- пламенные.

Пленочные реакции.

Производятся на самих зернах минералов. Для проведения реакций зерна минерала обрабатывают сильным растворителем (кислотой, щелочью), а затем прибавляют каплю реактива, вызывающего появление на поверхности зерна тонкой пленки, окрашенной в соответствующий цвет. Этот метод позволяет определить некоторые минералы без предварительного их выделения из шлиховой пробы.

Капельные реакции.

Капельные микрохимические реакции основаны на предварительном растворении минералов и проведении реакций между растворами. Этот метод заключается в качественном открытии того или иного химического элемента, входящего в состав определенного минерала. По степени, растворимости все минералы делятся на:

- легкорастворимые;
- труднорастворимые;
- нерастворимые.

Легкорастворимые минералы переводятся в раствор при помощи слабых растворителей (кислот, щелочей).

Для растворения труднорастворимых минералов используются концентрированные растворы сильных кислот и щелочей.

Нерастворимые минералы переходят в растворимое состояние при помощи специального приема - предварительного сплавления минерала с плавнями. В качестве плавней используется сода, щелочи (KOH или NaOH), поташ, бура, пиросульфат калия. Перед сплавлением минерал тщательно растирается в маленькой ступке затем в ступку добавляют плавень в 6-8 кратном количестве по отношению к минералу и снова проводится растирание. В результате минерал и плавень должны хорошо перемешаться. Сплавление можно проводить двумя способами:

1. В пламени паяльной трубки в ушке платиновой проволоки. Полученную смесь перед сплавлением смачивают каплей дистиллированной воды для предотвращения разлета порошка. После окончания плавления сплав охлаждают и переносят на предметное стекло. Растворяют в капле дистиллированной воды слегка подкисленной какой-либо кислотой. Далее проводят капельные реакции по обычной схеме.

2. В небольших фарфоровых тиглях, куда помещают смесь плавня и минерала и нагревают на спиртовке. При этом сплав пузырится, приобретает желтовато-зеленоватую или буроватую окраску, что является признаком окончания плавления. После охлаждения сплав растворяют в дистиллированной воде, слегка подкисленной. Далее проводят капельные реакции по схеме.

Порошковые реакции. В основу метода положен принцип открытия отдельных химических элементов путем реакций, протекающих между твердыми веществами. В результате таких реакций образуются окрашенные продукты, по характеру окраски которых и производится количественное распознавание химических элементов в минералах и рудах. Методика этого метода очень проста. Зерна минерала тщательно растирают с 5-6 кратным количеством, кристаллического реактива, являющегося растворителем. Растирание производится в фарфоровой чашечке с помощью стеклянной палочки. После измельчения зерен минерала и получения однородной смеси к ней прибавляют несколько кристаллов реактива - проявителя и растирание повторяется. При этом смесь увлажняется дыханием или смачивается незначительным количеством дистиллированной воды. Появление характерной окраски смеси позволяет открыть в минералах определенные элементы

Кристаллоскопические реакции.

Основаны на получении в результате реакции кристаллического осадка, характерной формой выпавших кристаллов и их окраской. Для получения кристаллического осадка минерал растворяют на стекле, а затем к полученному раствору прибавляют каплю или 2-3 кристаллика реактива - осадителя. Выпавшие кристаллы изучают под лупой. Иногда стекло следует подогреть, но не допускать выпаривания раствора.

Пламенные реакции (метод паяльной трубки). Эти исследования проводятся при изучении шлиха в первую очередь, особенно при наличии щелочных или щелочно-земельных элементов. Осколок минерала вносят в пламя паяльной трубки при помощи пинцета. Пламя должно скользить по поверхности минерала. Наблюдают за окраской пламени. В ряде случаев минерал перед прокаливанием смачивают в HCl. т.к. образующиеся при этом хлориды легко летучие.

Все реакции проводятся на часовом стекле.

Опыт 1. Реакция катионов Na . Действие гексагидроксостибата калия $K[Sb(OH)_6]$
К 1 капле раствора натрия прибавить столько же реактива и потереть стеклянной палочкой смесь. Рассмотрите осадок, убедитесь, что он кристаллический. Запишите уравнение реакции в молекулярном и ионном виде (реакция обмена).

Опыт 2. Реакция катиона калия.

Гексанитрокобальтат натрия $Na_3[Co(NO_2)_6]$

К 1 капле раствора соли калия прибавить 3 капли реактива и потереть стеклянной палочкой. Выпадает желтый кристаллический осадок (но не аморфный). Составьте уравнения реакций в молекулярном и ионном виде.

Опыт 3. Реакция катиона NH_4^+

Реактив Несслера $K_2[HgI_4] + KOH$

К 1 капле раствора соли NH_4^+ на часовом стекле прибавьте 1-2 капли реактива Несселера. Выполняя реакцию обязательно действуйте избытком реактива, т.к. образующийся осадок растворим в солях NH_4^+ . От следов аммиака или ионов NH_4^+ красно-бурый осадок не выпадает, но раствор окрашивается в желтый или оранжевый цвет. Составьте уравнение реакции.

Опыт 4. Реакция катиона Mg^{2+}

Хромоген черный

К 2 каплям соли Mg^{2+} добавить 1 каплю раствора аммиака и 1 каплю хромогена черного (хромоген черный массой 0,5г. растворяют в 10 мл аммонийной буферной смеси и доводят эталоном до 100мл). Раствор становится вино - красным, но осадок не выпадает. Вместо раствора хромогена можно использовать сухой реактив (несколько крупинок)

Опыт 5. Реакция катиона Ba^{2+} дихромат калия

К 1 капле раствора соли Ba^{2+} добавить 1 каплю раствора дихромата калия и 1 каплю раствора ацетата свинца. Составьте уравнение реакции между дихроматом калия и солью Ba^{2+} (При добавлении в раствор $Pb(CH_3COO)_2$ происходит полное осаждение иона Ba^{2+})

Серная кислота

к 1 капле соли Ba^{2+} добавьте 1 каплю H_2SO_4 . Посмотрите форму кристаллов, составьте уравнение реакции.

Опыт 6. Реакция катиона Ca^{2+}

К капле соли Ca^{2+} добавьте каплю оксалата аммония. Обратите внимание на структуру осадка, попробуйте подогреть. Что наблюдаете? Напишите уравнение реакции.

Серная кислота

К капле раствора соли Ca^{2+} добавьте столько же соли серной кислоты и упарьте до появления каймы по краю капли. Рассмотрите игольчатые кристаллы гипса, собраннын в пучки. Напишите уравнения реакции.

Лабораторная работа №5

Тема: Методика проведения капельных, пленочных и кристаллоскопических реакций

Цели: Качественные реакций на катионы Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Mo^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Ba^{2+} , W^{2+} , Be^{2+} , V^{5+}

Оборудование: методики.

Контрольные вопросы

1. Какие реакции являются качественными на ионы Fe^{2+} ?
2. Как готовят минералы к определению Fe^{2+} , Fe^{3+} ?
3. Какие реакции являются качественными на ионы Fe^{2+} ?
4. Как готовят кобальтин к определению и как можно открыть катион Co^{2+} ?
5. Как готовят минералы к исследованию?
6. Какие реакции являются качественными на катион марганца?
7. Как в минерале можно определить содержание молибдена?
8. Как можно определять в минерале содержание ионов Va^{2+} ?
9. Какие качественные реакции на ванадий вы знаете?
10. Какие реакции качественные на вольфрам?
11. Как в минерале можно определить бериллий?
12. Какие реакции являются качественными на свинец?
13. Какие качественные реакции на медь вы знаете?
14. Какие реакции являются качественными на цинк?

1. Инструктаж.

Железо Fe^{2+} - качественные реакции.

а). Минерал 1-2 кристаллика (пирит) растворить в фарфоровой чашечке в кислоте HCl 1:1 при нагревании и прибавить 1-2 капли $K_3[Fe(CN)_6]$. Наблюдать: образование зеленовато-синего осадка (тунбуленовая синь).

б). Минерал пирит 1-2 кристаллика растворить в фарфоровой чашке соленой кислотой 1:1 при нагревании и прибавить 1-2 капли аммиака. Наблюдать: зеленый осадок.

Железо Fe^{3+} - качественные реакции

а). Минерал магнетит растворить в концентрированной кислоте при нагревании и прибавить каплю роданида калия ($KCNS$).

Наблюдать: кроваво-красное окрашивание, интенсивность которого зависит от количества железа.

б). Минерал магнетит растворить в фарфоровой чашке в HCl конц., прибавить водный раствор $K_4[Fe(CN)_6]$ - желтой кровяной соли. Наблюдать: темно-синее окрашивание (берлинская лазурь).

Кобальт – Co^{2+} качественные реакции

а) минерал 1-2 кристаллика кобальтина растворить в царской водке при нагревании. К раствору прибавить аммиак. Добавить несколько кристалликов роданистого аммония (NH_4CNS) и несколько капель ацетона. Наблюдать: кольцо синего цвета, синее окрашивание.

Открытие катионов Mo^{2+}

а). Минерал молибденит сплавить с содой, сплав растворить в кислоте HCl 1:1, к раствору прибавить роданистый калий и каплю двухлористого олова. Наблюдать: карминно-красное пятно.

б). Молибденит сплавить с содой, сплав растворить в кислоте HCl 1:1. К раствору прибавить $KCNS$ и зерно металлического цинка. Наблюдать: кроваво-красный цвет.

Открытие катионов марганца.

а) минерал манганит или пиролюзит растворить в соляной кислоте при кипячении.

Наблюдать: желтую окраску.

б) минерал растворить в кислоте, прибавить 1-2 капли р-ра азотнокислого серебра и несколько кристалликов надсерноокислого аммония $(NH_4)_2S_2O_8$. Наблюдать: фиолетовый фон.

в) минерал растереть в порошок, затем обработать каплей HCl 1:1, выпарить до суха. Затем прибавить крупинку $NaBiO_3$, смесь растирается и обрабатывается каплей HNO_3 . Наблюдать: малиновая окраска.

г). 1-2 зерна минерала помещают на фильтровальную бумагу и смачивают 3% р-ром уксуснокислого бензидина.

Наблюдать: на фильтровальной бумаге через 1-2 минуты появляется синее окрашивание.

Открытие вольфрама - W^{5+}

а), вольфрамит сплавить с содой, сплав растворить в кислоте HCl конц., в раствор поместить кусочек олова и нагреть до кипения. Наблюдать: синюю окраску.

Открытие бария – Ba^{2+}

а), минерал барит сплавить с содой (Na_2CO_3) и щелочью, сплав растворить в воде, подкисленной уксусной кислотой. К полученному раствору прибавить каплю 5% р-ра хромата калия (K_2CrO_4). Наблюдать: желтый кристаллический осадок.

Открытие бериллия – Be^{2+}

а), минерал берилл или хризоберилл сплавить с содой, сплав растворить в воде и к полученному раствору прибавить 2-3 капли р-ра хиринализарина со спиртом. Наблюдать: синее окрашивание.

Открытие катионов ванадия – V^{5+}

а), минерал ванадит обработать соляной кислотой, затем прибавить аммиак. Наблюдать: пленку черного цвета.

Открытие свинца - Pb^{2+}

Минерал англесит обработать раствором 5% йодистого калия. Наблюдать: пленку желтого цвета.

2. Минерал галенит обработать соляной кислотой 1:1. Наблюдать: зеленую пленку.

3. Минерал галенит растворить в кислоте и выпарить досуха. Прибавить каплю дистиллированной воды и 1-2 кристаллика йодистого калия. Наблюдать: осадок золотисто-желтого цвета

4. Минерал галенит растереть с 2-3 кристаллами KI и увлажнить дыханием. Наблюдать: окраску желтого цвета. При добавлении воды окраска становится ярче.

5. Минерал растереть с кислым серноокислым калием, прибавить 2-3 кристаллика KI и повторить растирание. Смесь увлажняем дыханием. Наблюдать: желтое окрашивание,

Открытие меди Cu^{2+}

1. Минерал малахит растворить в царской водке, к раствору добавить аммиак, осадок отфильтровать. В раствор добавить желтую кровяную соль. Наблюдать: осадок красно-бурого цвета.

2. Минерал растворить в царской водке, добавить аммиак, осадок отфильтровать. В раствор поместить кусочек железа металлического и подогреть. Наблюдать: осадок металлической меди на железе.

3. Минерал растворить в соляной кислоте и добавить щелочь. Наблюдать: светло-голубой осадок.

Открытие цинка - Zn^{2+}

1. Минерал сфалерит растворить в кислоте при нагревании, к раствору прибавить желтую кровяную соль. Наблюдать: голубовато-белый осадок. Если в минерале есть железо, то появляется синее окрашивание.

Лабораторная работа №6

Тема: Аналитические реакции на анионы: CO_3^{2-} , VO_3^{2-} , PO_4^{3-} .

Цель: научить студентов открывать анионы CO_3^{2-} , VO_3^{2-} , PO_4^{3-} в минералах.

Оборудование: минералы: бораты, карбонаты, фосфаты – апатит или моноцит; сулема, аммоний молибденовокислый (крист.), HNO_3 конц., бензедин уксусноокислый, молибденовокислого аммония, фарфоровые чашечки, ступки, спички, фильтровальная бумага, аммиак.

Контрольные вопросы

1. Как в минерале можно открыть анион VO_3^{2-} ?

2. Как определяют анион CO_3^{2-} ?
3. С помощью какой реакции определяют PO_4^{3-} ?

Ход занятий

I. Инструктаж

- а) по технике безопасности.
- б) по проведению работы.

1. Открытие аниона VO_3^{2-}

а). Маленький кусочек минерала растирается с 1-2 кристаллами сулемы. Никакой характерной окраски при этом не появляется. Затем смесь обрабатывается каплей H_2O . Наблюдать: красная окраска.

2. Открытие аниона CO_3^{2-}

а). Минерал растереть в порошок и добавить разбавленной соляной кислоты. Наблюдать: вскипание. Если вскипание не наблюдается - нагреть.

3. Открытие аниона PO_4^{3-}

а). Минерал апатит растереть со значительным количеством молибдата аммония и обработать каплей азотной кислоты. Наблюдать: окраску желтого цвета.

б). Минерал растворить в кислоте HNO_3 , перенести раствор на фильтровальную бумагу и добавить; каплю молибденовокислого аммония. Полученное светло-желтое пятно смачивают каплей уксуснокислого бензедина, а затем подвергают действию паров аммиака.

Наблюдать: синюю окраску.

1. Выполнение работы.

Лабораторная работа №7

Тема: Определение внешних признаков минерала (физические свойства минералов)

Цель: научить определять внешние признаки минералов.

Оборудование: образцы минералов - серный колчедан, свинцовый блеск, магнитный железняк, каменная соль, цинковая обманка кальцит или слюда (с перламутровым блеском), асбест, селенит, халцедон, кварц, полевой шпат, медный колчедан с побежалостью, слюда, вольфрамит или топаз (совершенная спайность в одном направлении.), боксит, кристаллы отдельных минералов, кусочки стекла, неглазурованные фарфоровые пластинки (так называемые бисквиты), магнитные стрелки, молотки, разбавленная серная кислота.

Контрольные вопросы

1. Как определяют физические свойства минералов?
2. Что такое блеск, как делятся на группы?
3. Что такое твердость, как делятся на группы?
4. Что такое спайность, как делятся на группы?

Каждый минерал обладает определенным химическим составом и особенности обуславливают довольно постоянные и индивидуальные физические свойства минералов.

У каждого минерала есть свои, присущие лишь ему признаки. Для одних минералов постоянным признаком является цвет, для других - твердость, для третьих - плотность, для четвертых - форма кристаллов и т.д. При определении минералов по внешним признакам необходимо в первую очередь обращать внимание на общие, для всех минералов признаки, а затем переходить к рассмотрению индивидуальных особенностей отдельных минералов. В первую очередь, обращается внимание на блеск, после этого на твердость, цвет, черту и т.д.

Блеск. Минералы бывают, блестящие и матовые. Большинство минералов обладают способностью отражать от своей поверхности, что и обуславливает блеск минералов. Минералы по блеску делятся на две группы, обладающие металлическим блеском и имеющие неметаллический блеск.

Блеск металлический.

1. Металлический блеск напоминает блеск свежего излома металлов. Он хорошо виден на не окисленной поверхности образца. Минералы, обладающие металлическим блеском, непрозрачны и более тяжелые по сравнению с минералами, имеющими неметаллический блеск. Иногда благодаря процессам окисления минералы, имеющие металлический блеск, покрываются, матовой коркой. Все так называемые "блески" и «колчеданы» имеют металлический блеск.

Металлический блеск характерен для минералов, являющихся рудами различных металлов, обычно наблюдается у самородных элементов у сульфидов и у некоторых окислов. Примерами минералов, имеющих металлический блеск могут служить: золото, серный колчедан, свинцовый блеск.

2. Металловидный блеск - более тусклый, как у потускневших от времени металлов.

Металловидный блеск наблюдается у минералов, также являющихся рудами различных металлов (магнитный железняк)

Блеск неметаллический Неметаллический блеск может быть различным:

1. Стекланный блеск напоминает блеск поверхности стекла. Часто наблюдается у галогенидов, карбонатов, сульфатов, силикатов. Стекланным блеском обладают: каменная соль, ГОРНЫЙ хрусталь

2. Алмазный блеск - сильный, искрящийся блеск, напоминающий стекланный. Примеры: алмаз, цинковая обманка.

3. Перламутровый блеск, аналогичный блеску перламутра (обладает радужными цветами). Наблюдается большей частью у минералов с хорошо выраженной спайностью, на плоскостях спайности. Этот блеск наблюдается у кальцита, слюды.

4. Шелковистый блеск - мерцающий. Он исключительно характерен для минералов, имеющих волокнистое игольчатое строение. Примеры: асбест, селенит (игольчатый гипс)

5. Жирный блеск характеризуется тем, что поверхность минералов как бы смазано жиром. Особенно типичен для мягких минералов, например для талька.

Восковой блеск - подобен жирному, но более слабый. Примером может служить халцедон.

Блеск необходимо наблюдать на свежем изломе минерала. При определении блеска, цвет минерала не принимается во внимание.

Твердость. Твердость - это сопротивление твердого тела разрушению в поверхностном слое при силовых воздействиях на него. Если испытуемый минерал мягче, чем предмет или минерал, которым вы царапаете его по поверхности, то на нем остается след царапина.

Твердость минералов зависит от характера сил сцепления между частицами вещества, что определяется формой кристаллической решетки, т.е. взаимным расположением частиц. Когда энергетическая связь между частицами сильнее, тогда и твердость выше.

По твердости минералы делятся на три группы:

1. Мягкие минералы - ноготь оставляет на них царапину (тальк, гипс, графит). Мягкие минералы легко крошатся ногтем, пачкают руки, или можно писать.

2. Минералы средней твердости - ноготь не оставляет никаких царапин, минералы не оставляют царапин на стекле (кальцит, медный колчедан) минерал средней твердости оставляет царапину на ногте.

3. Твердые минералы - оставляют царапину на стекле. Для определения твердости минерала, необходимо выбрать твердый участки (могут быть в небольших количествах другие минералы). После испытания надо стереть порошок с поверхности образца, т.е. раздробление частицы, и убедиться, что на образце действительно остался след (царапины), так как порошок мог образоваться из того предмета, которым царапали минерал.

Черта. Цвет порошка у некоторых минералов не отличается от цвета самого минерала, и в таком случае это имеет важное значение при определении. Например, у черного колчедана цвет светлый латунно-желтый, порошок черный. Кальцит бывает бесцветный, белый, желтый,

зеленый, голубой, синий, фиолетовый, черный. Порошок кальцита белый независимо от минерала.

Для получения порошка минерала применяются шероховатая фарфоровая пластинка, так называемый "бисквит". Если провести минералом по поверхности "бисквита", то минерал оставляет след (черту). Большинство твердых минералов черты не дают.

Цвет. У минералов бывает самый разный. Для некоторых минералов цвет является постоянным признаком. Так, например, у серного колчедана латунно-желтый, у малахита - зеленый, у золота - золотисто-желтый и т.д. Для большинства минералов этот признак непостоянен. Для определения цвета минерала, необходимо получить свежий излом.

Спайность. Выражается в том, что в определенных направлениях, минералы оказывают более слабое сопротивление физическим воздействиям. В это направление они легче раскалываются и дают ровные, гладкие, блестящие поверхности спайности.

Спайность у различных минералов выражена в различной степени. Она может быть:

1. Весьма совершенной, когда минералы легко расщепляются в одном направлении на ровные пластинки, например слюда:

2. Совершенной, когда минералы раскалываются не определенном направлении и дают ровные, блестящие поверхности спайности. Совершенная спайность у одних минералов может быть выражена в одном направлении (например у вольфрамита), у других - в двух направлениях (полевые шпаты.) или в трех (каменная соль, свинцовый блеск). Угол между плоскостями спайности может быть различным. Все так называемые шпаты обладают совершенной спайностью.

3. Спайность отсутствует. При ударе, минерал раскалывается по неопределенным направлениям и дает неровные поверхности излома, например: кварц, серный колчедан.

Излом. При расколе у минералов возникают поверхности, определяющие так называемый излом. Минералы, обладающие спайностью, дают ровный излом, например кальцит. Минералы, линейные спайности, имеют неровный излом, например: кварц. Излом, похожий на поверхность раковины, получил название раковистый (халцедон). Зернистый излом для минералов, имеющих зернистое строение (серный колчедан). У некоторых минералов излом землистый, например у боксита.

Плотность. У минералов бывает разная в зависимости от их химического состава. Минералов, в состав которых входят тяжелые элементы, как свинец, имеют большую плотность (тяжелые.), а минералы, в состав которых входят легкие элементы, как например алюминий, калий натрий и т.п. имеют меньшую плотность (легкие.).

При определении минералов по внешним признакам, плотность с большей точностью неопределяется. При этом достаточно деление минералов на две группы: легкие и тяжелые, причем необходимо различать легкие и тяжелые среди имеющих металлический блеск в группе с неметаллическим блеском.

Магнитность. Обладают минералы, содержащие железо (магнитный железняк и др.) Для определения магнитности минералов пользуются магнитной стрелкой, а в полевых условиях - магнитной стрелкой компаса. Минералы, обладающие магнитными свойствами, при приближении их к магнитной стрелке притягиваются или отталкиваются.

Задание для закрепления материала: определите физические свойства минералов:

1. Найдите минералы с металлическим, стеклянным, алмазным, перламутровым, жирным, восковым, шелковистым блеском и матовые. Разделите минералы по твердости на мягкие, средние, твердые,

2. Определите цвет, побежалость и черту минералов.

3. Определите спайность: весьма совершенную и совершенную. Найдите минералы, лишенные спайности.

В процессе работы с минералами учащиеся заполняют таблицу:

Название	Блеск	Твердость	Цвет	Черта	Спайность	Другие признаки	Класс форм	Происхождение	применение
----------	-------	-----------	------	-------	-----------	-----------------	------------	---------------	------------

Лабораторная работа №8

Тема: Определение карбонатности горных пород.

Цели: научить студентов открывать карбонаты в горных породах, проверить знания учащихся по химическим методам анализа.

Оборудования: Минералы: кальцит, доломит, сидерит, мел. Реактивы: HCl 1:1, фарфоровые чашки, пестики, ступки, спиртовки.

Контрольные вопросы:

1. Какие особенности открытия карбонатов в пробе?
2. Как определить карбонаты в меле, доломите?

Ход работы

II. Инструктаж.

CO₃²⁻ как анион содержат минералы класса карбонатов. Для определения карбонатов в осадочной пробе пользуются соляной кислотой. Некоторые минералы вскипают от воздействия слабой кислотой, другие вскипают в порошок, третьи в порошок и при нагревании.

III. Выполнение задания.

В трех минералах осадочных пород: мел, доломит, сидерит - определить какие карбонаты и как открываются?

Ход работы

а) в чашечку поместить кусочек мела и добавить HCl. Наблюдать: вскипание.

Уравнение реакции: $CaCO_3 + HCl \rightarrow CaCl_2 + CO_2 \uparrow + HCl$

б) в чашечку поместить кусочек кальцита и добавить HCl. Наблюдать: вскипание.

Если вскипание нет, минерал растереть в порошок и добавить HCl.

Наблюдать: вскипание. Если вскипания нет, минерал растереть в порошок, добавить HCl и нагреть. Наблюдать: вскипание.

в) в чашечке растереть доломит, добавить HCl. Наблюдать: вскипание. Если вскипание не наблюдается, нагреть на спиртовке.

г) в чашечку поместить порошок сидерита и добавить HCl.

Наблюдать: вскипание. Если вскипание не произошло, то чашечку нагреть.

Сделать вывод об определении карбонатов в осадочной пробе. Составить ионное уравнение возможной реакции.

Лабораторная работа №9

Тема: Определение минералов шлиха тяжелой и легкой фракции, сильной, средней, слабой магнитности.

Цели: на основе полученных данных о минералах, дать характеристику минералам легкой фракции, сильной, средней, слабой магнитности, научить определять минералы по внешнему виду.

Оборудования: минералы: ильменит, вольфрамит, гематит, лимонит, кельвин; монеты, предметные стекла, магнит, фарфоровые осколки.

Контрольные вопросы

1. Дать характеристику минералам средней, сильной, слабой магнитности.
2. Какими свойствами обладает ильменит?
3. Дать характеристику вольфрамиту.
4. Как можно охарактеризовать гематит?
5. Какими свойствами обладает лимонит?
6. Что собой представляют андродит (гранат)?
7. Дать характеристику кельвину.

Ход занятия

I. Оргмомент.

II. Повторение пройденного материала (диктант).

III. Инструктаж.

Во фракцию средней магнитности входят минералы, содержащие в своем составе элементы семейства железа (железо, кобальт, никель), а так же марганец, хром и редкие земли. Это главным образом силикаты, окислы.

Ильменит - $(Fe, Mg)TiO_3$ распространен в шлихах широко. Он стоек в поверхностных условиях и хорошо окатывается, зерна округлой, неправильной формы. Твердость 5-6, спайности нет, излом неровный, раковистый. Плотность 4,4 - 4,8; цвет смоляно-черный, окисленные зерна покрытые ржаво-бурыми пленками лимонита; черта черная или рыжеватая-черная. Диагностика: малая магнитность и положительная реакция на титан.

Вольфрамит - $(Fe, Mn)WO_4$ - встречается в шлихах редко. Обладает хорошей спайностью, поэтому легко истирается и рассеивается. Цвет - железно-черный; темно-коричневый; коричневатобурый и красно-бурый, а если покрыты пленками вторичных образований - цвет буро-черный, грязно-серый, желтый. Зерна пластинчатые, угловатые. Черта от красновато-коричневой до желтобурой. Блеск - полуметаллический; твердость 5,0-5,5; плотность 6,7-7,5. Диагностика: реакция на вольфрам.

Гематит - Fe_2O_3 , - обычен в шлихах. Зерна угловатые, неправильные. Цвет буровато-красный или черный с вишневым оттенком, железно-черный. Твердость от 3,5 до 5,5-6,5. Плотность 5,0-5,3. Спайности нет, излом неравный, раковистый. Черта вишнево-красная, иногда с буроватым оттенком. Диагностика: по черте, спайности, микрохимической реакции на Fe".

Лимонит - FeO_3 и H_2O - широко распространен в шлихах. Это плотные образования неправильной формы. Твердость от 2 до 5; плотность 3,2 - 4,0; спайности нет; излом раковистый. Цвет минерала и черты от темно-бурого до охряно-желтого. Блеск матовый, иногда металлоидный. Диагностика: по цвету, черте, реакции на Fe.

Амфиболы - широко распространены в шлихах - роговая обманка, актинолит. Зерна мало окатаны. Цвет от темно-зеленой до черной. Блеск стеклянный. Цвет черты зеленовато-серый или зеленовато-белый. Твердость 5-6, плотность 3,0-3,4, спайность хорошая. Диагностика: по черте, спайности.

IV. Задание по физическим свойствам охарактеризовать минералы и заполнить таблицу (форма в предыдущей лабораторной работе).

Лабораторная работа №10

Тема: Определение объемной массы минералов.

Цели: научить студентов определять объемный вес минерального сырья, а также влажность с помощью мензурки.

Оборудования: Н₂О дист., мензурка, шкаф сушильный, весы, минералы.

Контрольные вопросы:

1. Что называется объемным весом сырья?
2. Как определить объемный вес с помощью мензурки?
3. Как определить естественную влажность?
4. Какие методы определения объемного веса вы еще знаете?

Ход занятия

Под объемным весом минерального сырья принято понимать вес 1 м³ этого сырья в монолите в природном состоянии с учетом пустот, трещин, пор, каверн. Объемный вес должен быть несколько ниже удельного веса для той же породы. При подсчете минерального сырья, содержащего трещины, пустоты и т.д. должен быть не удельный, а объемный вес.

Объемный вес зависит не только от структурно-текстурных особенностей и минералогического состава полезных ископаемых, но и от количественного содержания полезного компонента; на пример барита, галенита, магнетита, хромита в соответствующих рудах, то все разновидности минерального сырья целесообразно подвергать исследованию на определение объемного веса при параллельном определении содержания полезного ископаемого в разновидностях. Чем больше определений объемного веса, точнее его значения. Рекомендуется проводить 15-25 определений для каждого типа руды.

а) Определение объемного веса породы или руды погружением в песок.

В мерный цилиндр на 2 л кладут образец породы или руды и засыпают песком сухим и легко подвижным. Объемный вес песка заранее определен. После этого цилиндр много раз быстро поворачивают, чтобы песок плотно облек образцы. Песок досыпают в цилиндр до какой-то мерной черты. Затем извлекают из песка образцы руды и взвешивают.

б) Определение объемного веса пород и руд в шлифах, покрытых лаком или парафином.

Образец пористых руд взвешивают. Затем его поверхность покрывают тонким слоем парафина или лака так, чтобы были закрыты имеющиеся в нем поры, и погружая в мензурку с водой определяют его объем.

1. Определение объемного веса мензуркой. Взвесить образец в воздухе, затем поместить его в мензурку с дистиллированной водой. В мензурке воды должно быть 25-50 мл. Определяем объем вытесненной воды. Расчет ведем по формуле:

$$d = \frac{Q}{V}$$

Q - вес образца, г.

V - объем воды

2. **Определение естественной влажности.** Пробу взвешивают, помещают в сушильный шкаф t 105-110° на 40 минут и вновь взвешивают. Расчет ведут по формуле:

$$K = \frac{100(Q_{\text{сыр.}} - Q_{\text{сух.}})}{Q_{\text{сух.}}}$$

K - процентное содержание влаги. Q сыр. - вес сырой руды. Q сух. - вес сухой руды.

IV. Выполнение работы, проведение расчетов.

Выдача минералов.

Лабораторная работа №11

Тема: Определение удельного веса минералов различными методами

Цель: научить студентов определять удельный вес минерального сырья различными методами.

Оборудование: пикнометры, весы, H₂O дист., плитка, мензурки, минералы.

Контрольные вопросы:

1. Как определить удельный вес с помощью пикнометра?
2. Как определить удельный вес способом погружения образца в мензурку с водой⁹

Ход занятия:

I. Оргмомент

- а) цели и задачи урока
- б) готовность к уроку

II. Опрос (самостоятельная работа)

III. Инструктаж

Каждое минеральное сырье обладает удельным весом. В удельном весе не учитываются пустоты, трещины, поры, каверны и т.к., как это учитывается при проведении объемного веса. Удельный вес породы должен быть выше, чем объемный вес. 1. Определение удельного веса в порошке пикнометром.

Взвесить пустой пикнометр. Минерал растереть в порошок и поместить в пикнометр и взвесить (вес порошка должен быть не менее грамма). Затем в пикнометр добавляют дистиллированную воду и подогревают до 80 - 100 - для того чтобы удалить воздух из испытуемого вещества. После этого доливают водой до метки и взвешивают. Пикнометр промывают, заполняют дистиллированной водой и взвешивают. Расчет ведут по формуле:

$$D_{п} = \frac{P_2 - P_1}{(P_4 - P_1) - (P_3 - P_2)}$$

P₁ - вес пустого пикнометра.

P₂ - вес пикнометра с испытуемой навеской.

P₃ - вес пикнометра с порошком породы и воды.

P₄ - вес пикнометра с водой

2. Определение удельного веса путем погружения образца в мензурку с водой.

Взвесить образец породы, затем поместить его в мензурку с дистиллированной водой. Определяют объем образца в воде. Расчет проводят по формуле:

$$d = \frac{Q}{V}$$

Q - вес образца, в г.

V - объем образца – см³.

При определении объема образца необходимо следить, чтобы все поры и трещины в образце были заполнены водой, что устанавливается по прекращению выделения пузырьков в течение некоторого времени.

IV. Выдача минерала, выполнение работы.

Лабораторная работа №12

Тема: Составление схемы обработки угольной пробы для анализ

Цель задания: получить навыки по составлению схемы подготовки материала проб минерального сырья для химического и физико-химического анализа.

Исходный материал: в лабораторию от Заказчика поступили пробы каменного угля.

Контрольные вопросы:

1. Как проводят петрографические исследования?
2. Как определяют содержание микроэлементов?
3. Как определяют выход летучих веществ?
4. Как определяют сернистость.?
5. Как определяют элементный состав?

Заказчик просит выполнить следующие виды анализов:

1. Петрографические исследования.

2. Содержание микроэлементов.

3. Влажность.

4. Зольность

5. Сернистость.

6. Содержание фосфора.

7. Элементный состав.

8. Удельная теплота сгорания.

9. Выход летучих веществ.

10. Спекаемость.

11. Выход смол.

12. Выход гуминовых кислот.

13. Содержание битумов.

14. Механическая прочность.

15. Термическая стойкость.

16. Электрические свойства.

17. Плотность.

18. Объемная масса.

Составить схему обработки проб, учитывая требования Заказчика.

Порядок выполнения работы: внимательно ознакомиться с темой № 5 настоящего учебного - методического пособия и графически составить схему выполнения анализов.

Лабораторная работа №13

Обязательная контрольная работа

Перечень литературы:

Основная:

1. Захарова Е.М., Шлиховой метод поисков полезных ископаемых. Москва, Недра, 1989 г.
2. Лабораторные методы исследования минералов, руд и пород. Ю.П. Мельников, В.Н. Старостин, С.С. Бородаев, Н.Н. Еремин. Учебное пособие. 3-е издание. Издательство МГУ, 1988 г.
3. Методы минералогических исследований. Справочник. /Под. Ред. А.И. Гинсбурга / Москва, Недра, 1985 г.
4. Методические основы исследования химического состава горных пород, руд и минералов. /Под. Ред. Г.В.Остроумова/ Москва, Недра, 1979 г.
5. Миронов К.В. Справочник геологальщика. Москва, Недра, 1982 г.

Дополнительная:

1. Справочник сметных норм на геологоразведочные работы ССН. М.: ВИЭМС, 1993. (вып. 7. Лабораторные исследования полезных ископаемых и горных пород).
2. Сборник руководящих материалов по геолого-экономической оценке месторождений полезных ископаемых. В трех томах, /Под. Ред. А.М.Быбочкина. М.: ГКЗ СССР, 1985 г.
3. Юшко С.А. Методы лабораторного исследования руд. Москва, Недра, 1984 г./
4. Т.В.Кряжева, И.И.Иванова. Лабораторные методы исследования минерального сырья. Издательство «Фолиант», Астана, 2004 г.

