

## СПОСОБЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ В СВИНЕЦСОДЕРЖАЩЕМ СЫРЬЕ

**М.В. Мартиросян, Ж.М. Арстамян, А.Б. Сафарян, А.С. Агбальян**

*Национальный политехнический университет Армении*

Предложены методы определения содержания металлических примесей в микрограммовых количествах в свинецсодержащем сырье в виде аккумуляторного лома при пирометаллургической переработке на металлический свинец с целью повторного использования свинца. Установлено, что для определения содержания сурьмы, висмута, олова, железа и меди в свинецсодержащем сырье целесообразно применять титриметрические методы. Описан ход аналитического контроля металлических примесей в микрограммовых количествах в компонентах аккумуляторного лома. Приведены формулы расчета содержания сурьмы, висмута, олова, железа и меди в компонентах аккумуляторного лома. Рассмотрены титриметрические методы определения содержания сурьмы, висмута и олова в металлической фракции и активной массе аккумуляторного лома. Определено содержание железа и меди в пробах металлической фракции. На основе стандартных методик усовершенствованы способы определения содержания металлических примесей в микрограммовых количествах в свинецсодержащем сырье. Указанные методы могут быть успешно применены на практике для аналитического контроля при пирометаллургической переработке свинецсодержащего сырья.

**Ключевые слова:** металлические примеси, титриметрический метод, аккумуляторный лом, аналитический контроль, металлическая фракция, активная масса.

**Введение.** В настоящее время в ряде развитых стран в общем объеме производимых изделий производственно-технического назначения из металлического свинца весомое место занимает переработка свинецсодержащего сырья, в частности, лома отработанных свинцово-кислотных аккумуляторных батарей [1-4]. Это дает возможность частично покрыть производственный спрос металлического свинца, а также приводит к минимизации образования отходов, содержащих свинец и другие экологически опасные элементы, сбережению рудных ресурсов и уменьшению потребления энергии.

Для извлечения металлического свинца из аккумуляторного лома, в основном, применяют пирометаллургические, а также гидрометаллургические и электролитические методы. В ряде случаев используют комбинированные технологии указанных методов. В результате пирометаллургической переработки аккумуляторного лома получают черновой свинец, свинцово-

сурьмяные сплавы, черновой “мягкий” свинец, которые почти всегда содержат посторонние примеси, что делает хрупким свинец и сплавы на его основе. Поэтому такой свинец подвергают рафинированию.

В случае, когда конечной целью является производство “мягкого” свинца чистотой выше 99,97% по Pb (для изготовления свинцово-кислотных аккумуляторных батарей по европейским нормативам) [5], часто применяется термическое рафинирование в жидкой фазе (650...700 С°), при котором из выплавленного чернового свинца удаляется большая часть примесей в виде сурьмы (Sb), мышьяка (As), олова (Sn), меди (Cu) и висмута (Bi). Селективное последовательное удаление указанных металлических примесей из расплава осуществляется соответствующими реагентами, которые добавляют к расплавленному свинцу при определенных температурах.

Таким образом, извлечение и рафинирование металлического свинца пирометаллургическим методом из аккумуляторного лома - сложный и дорогостоящий технологический процесс. Для получения металлического свинца требуемой высокой чистоты в ходе технологических процессов необходимо произвести непрерывный аналитический контроль химического состава как промежуточной, так и конечной продукции.

Для определения свинца и сопутствующих металлов в виде примесей в различных сплавах, рудах и других природных объектах применяются аналитические методы [6,7]. Однако методы определения свинца и металлических примесей во вторичном свинцовом сырье пока не разработаны.

Ранее нами были использованы и усовершенствованы гравиметрические и титриметрические методы определения свинца в пробах металлической фракции (МФ) и активной массы (АМ) аккумуляторного лома, а также гравиметрические методы определения серы в АМ [5]. Рассмотрены также особенности разложения проб АМ и МФ с учетом влияния мешающих элементов.

В связи с повышением требований к технико-экономическим показателям товарного металлического свинца при изготовлении свинцово-кислотных аккумуляторных батарей с улучшенными эксплуатационными параметрами (увеличение срока службы и т.п.) возникла необходимость контролирования содержания металлических примесей в компонентах аккумуляторного лома с целью их повторного использования в качестве исходного материала.

В настоящей работе дается сравнительная характеристика использованных нами методов определения микрограммовых количеств содержания металлических примесей в АМ и МФ при пирометаллургической переработке аккумуляторного лома. На основании этого сделана попытка усовершенствования и корректировки существующих методик определения содержания металлических примесей и их применения в качестве

аналитического контроля к товарным продукциям на основе свинца при пирометаллургической переработке вторичного свинцового сырья.

В зависимости от содержания вещества в образцах нами были применены титриметрические методы.

### ***Методика исследования***

Титриметрические методы определения сурьмы в МФ и АМ. Сурьма является вредной примесью свинцовых концентратов, осложняет плавку и дальнейшее рафинирование черного свинца. В жидком состоянии свинец почти неограниченно растворяет сурьму. Последняя придает свинцу хрупкость. Свинец очищают от сурьмы в основном щелочным, а иногда и окислительным рафинированием.

Для определения количества сурьмы в пробах целесообразно выбрать титриметрические методы, основанные на окислении  $Sb(III)$  до состояния  $Sb(V)$ , а в качестве окислителей - перманганат калия и бихромат калия.

По стандартной методике титрование сурьмы раствором перманганата калия проводят в смеси 10...25% соляной и 10% серной кислот [7,8]. Однако, как показали наши опыты, при титровании выделяется хлор-газ, который мешает определению эквивалентной точки. Хлор-газ выделяется также при титровании указанной смеси кислот в отсутствие сурьмы. Получаются невоспроизводимые результаты.

Титрование сурьмы проводят также раствором бихромата калия. Учитывая, что окисление сурьмы протекает медленно, применяют метод обратного титрования, т.е. к раствору сурьмы ( $III$ ) добавляют известное количество бихромата, индикатора дифениламина, а избыток бихромата обратно титруют раствором  $Fe(II)$ . Однако и в этом случае скорость реакции не увеличивается.

Ход определения содержания сурьмы в АМ. Навеску пробы (0,5 г) переносят в коническую колбу (250 мл), добавляют 15 мл концентрированной  $HCl$ , после завершения реакции колбу накрывают часовым стеклом. Затем раствор нагревают до 70...80 °C на электрической плите.

При необходимости, добавляют еще 5...10 мл  $HCl$ . После разложения пробы раствор фильтруют через плотный фильтр (синяя лента). Поскольку сурьма не растворяется, то она остается на фильтре в виде черного осадка.

Для определения содержания сурьмы осадок растворяют в концентрированной серной кислоте. При этом сурьма окисляется до сурьмы ( $III$ ). Для удаления сернистого газа раствор нагревают 10...15 мин, затем его охлаждают и в мерной колбе (100 мл) добавляют до метки воду.

Для определения содержания сурьмы в АМ нами был апробирован броматометрический метод [9,10].

Реакция окисления Sb (III) протекает в кислой среде (30% по объему соляной кислоты). При комнатной температуре окисление Sb (III) протекает медленно, поэтому нагревание раствора проводят при 40...50 °C или 80 °C. Наши опыты показали, что при 80 °C окраска индикатора метилового оранжевого (МО) быстро исчезает. Поэтому титрование раствора проводят при температуре 60...70 °C.

К аликвотной части раствора сурьмы (5 мл) добавляют 10 мл концентрированной соляной кислоты, раствор нагревают до 60...70 °C и титруют 0,05 н раствором бромата калия в присутствии 6...8 капель 0,1%-ного раствора МО до исчезновения розовой окраски индикатора. Для контроля правильности эквивалентной точки добавляют еще 2...3 капли МО. При появлении розовой окраски продолжают титрование до исчезновения розовой окраски индикатора.

Ход определения содержания сурьмы в МФ. Навеску пробы 0,5 г перенесут в колбу (250 мл), добавляют сначала 10...15 мл воды, затем осторожно 15 мл концентрированной азотной кислоты. После прекращения реакции колбу накрывают часовым стеклом и нагревают на электрической плите до полного разложения пробы. Затем раствор выпаривают до 5...10 мл, добавляют к нему около 50 мл горячей воды, тщательно перемешивают и оставляют до полного оседания осадка белого цвета. Раствор фильтруют через плотный фильтр (синяя лента), стараясь не взмучивать осадок. Осадок на фильтре промывают 10...12 раз горячей, разбавленной (1:20) азотной кислотой и растворяют в концентрированной соляной кислоте при нагревании. Затем раствор переводят в 100 мл мерную колбу и добавляют воду до метки.

К аликвотной части раствора сурьмы (10 мл) добавляют 10 мл воды, разбавленный раствор HCl до установления pH раствора 3...5, а затем 0,5%-ный спиртовой раствор ксиленолового оранжевого (КО) до появления фиолетовой окраски. Полученный раствор титруют 0,1 н раствором соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА) до появления желтой окраски [11,12].

Расчет сурьмы в процентах производится по формуле

$$Sb = \frac{T \cdot V \cdot V_1}{V_2 \cdot g} \cdot 100, \quad (1)$$

где T - титр раствора бромата или ЭДТА по сурьме, г/мл; V - объем раствора бромата или ЭДТА, израсходованного на титрование, мл; V<sub>1</sub> - объем анализируемого раствора, мл; V<sub>2</sub> - аликвотная часть раствора для титрования, мл; g - навеска пробы, г; T - фактор вычисления сурьмы, который определяется следующим образом:

$$T = \frac{N \cdot \Xi}{1000}, \quad (2)$$

$N$  - нормальность раствора бромата или ЭДТА;  $\Xi$  -  $z/\text{экв}$  сурьмы.

Ниже приведены расчетные данные содержания сурьмы в МФ и АМ аккумуляторного лома.

	Металлическая фракция	Активная масса
Содержание сурьмы, %	3,046; 3,264	0,594; 0,594.

Для установления полноты выделения сурьмы в пробе (в виде черного осадка) определение сурьмы проводят также в фильтрате сульфата свинца.

Аликвотную часть фильтрата (5 мл) выпаривают до появления паров  $\text{SO}_3$ , затем раствор разбавляют водой до 50 мл. Далее к аликвотной части раствора сурьмы (5 мл) добавляют 5 мл воды, 3 мл концентрированной  $\text{HCl}$ , 7...8 капель индикатора МО и титруют раствором бромата калия по вышеприведенной методике.

Содержание сурьмы определяют также в осадке сульфата свинца после растворения осадка в аммиачном растворе винной кислоты или тартрата. В аликвотной части полученного раствора определяют сурьму броматометрическим методом. В результате опытов сурьма не обнаружена, что подтверждает полноту выделения сурьмы в виде черного осадка.

Титриметрические методы определения висмута в АМ и МФ. Титрование висмута можно проводить раствором ЭДТА, а в качестве индикатора пользоваться иодидом калия, который с ионами висмута при  $\text{pH}=1,5...2,0$  образует комплекс оранжевого цвета. При этом объем раствора в 50 мл должен содержать 10...50 мг висмута [13]. В этом случае титрованию мешают ионы меди (II), но в присутствии иодида ионы  $\text{Cu}^{2+}$  можно восстановить гидроксиламином с образованием иодида меди (I). Определению содержания висмута мешают также ионы железа (III), которые можно восстановить аскорбиновой кислотой. Свинец в количестве до 500 мг не мешает определению висмута.

Как показали наши опыты, при определении висмута в пробах МФ и АМ кислотность раствора в пределах  $\text{pH}=1,5...2,0$  следует точно установить с помощью рН-метра. В качестве индикатора используют 1...2 мл раствора иодида калия из расчета 5 г в 1 л раствора. Затем титруют раствором ЭДТА и к концу титрования добавляют еще 8...9 мл раствора иодида калия. В конечной точке титрования желтый раствор должен обесцветиться. Однако желтая окраска почти не появляется, а при применении более концентрированного раствора иодида калия, например 5 г в 0,1 л, желтая окраска исчезает очень медленно. При высокой концентрации  $\text{KI}$  определению висмута мешают сурьма,

свинец, медь, железо (III) и другие примеси. Поэтому в качестве индикаторов используют КО, пирокатехиновый фиолетовый (ПФ), пирогалловый красный (ПК) и др. Однако предпочтение отдается КО и ПФ, так как в этом случае цвет раствора меняется очень четко.

Висмут можно титровать в присутствии значительных количеств свинца, например, до 1:5000. По своему воздействию ПК значительно превосходит иодид калия. Переход окраски настолько резок, что титрование можно проводить 0,02 М раствором ЭДТА. В любом случае желательно титрование провести в отсутствие мешающих элементов.

Висмут с КО образует комплексное соединение малинового цвета. В эквивалентной точке малиновая окраска переходит в желтую.

Определению висмута с использованием индикатора КО мешают ионы железа, сурьмы, а также хлориды, фосфаты, нитраты и др. Для устранения мешающего влияния указанных ионов применяют аскорбиновую кислоту, которая восстанавливает ионы  $Fe^{3+}$ , а винная кислота связывает ионы  $Sb^{3+}$ .

Наши опыты показали, что разбавленным раствором аммиака визуально очень трудно установить кислотность раствора в пределах  $pH=1,5...3$  в пробах МФ и АМ, особенно в присутствии КО, при котором получаются невоспроизводимые результаты, так как определению висмута, в зависимости от значения кислотности среды, мешают ионы свинца и сурьмы [13].

Ход определения содержания висмута в МФ и АМ. К раствору висмута добавляют разбавленный раствор аммиака (1:1) до  $pH=1,5...3$ , а затем 8...10 капель индикатора КО до появления малиновой окраски. Если при добавлении КО малиновая окраска не получается, следует раствор осторожно нейтрализовать аммиаком (1:1) до появления малиновой окраски. Далее раствор титруют ЭДТА до перехода окраски из малинового в лимонно-желтый цвет. Вместо КО можно применить ПФ. В этом случае наблюдается переход синей окраски в желтую.

Для расчетов количества висмута в пробах используют формулы (1) и (2) с учетом того, что слагаемые в формулах относятся к соответствующим компонентам.

Содержание висмута составило в среднем 0,6% (0,6; 0,6) в пробах МФ и 0,01% (0,01; 0,01) в пробах АМ аккумуляторного лома.

Титриметрические методы определения олова в МФ и АМ. При использовании титриметрических методов определения олова в большинстве случаев олово (IV) сначала восстанавливают до состояния олова (II), затем его титруют раствором окислителя.

Восстановление олова (IV) проводится в кислой среде цинком, алюминием, железом, никелем и свинцом. В среду добавляют 0,1...0,5 г бикарбоната натрия

с целью предотвращения окисления олова. На практике для восстановления олова используют никель и свинец. Однако при восстановлении ионов олова (IV) никелем раствор приобретает зеленую окраску, и металл-восстановитель мешает дальнейшему определению олова (II) [8,10].

В качестве восстановителя олова (IV) нами был использован металлический цинк в кислой среде (2...3 н HCl). Восстановление протекает при комнатной температуре до прекращения выделения водорода. При этом металлическая сурьма выделяется на поверхности цинка, а олово (II) остается в растворе в виде комплексного соединения  $\text{SnCl}_4^{2-}$ . Одновременно при этом качественно устанавливается и наличие сурьмы в растворе.

Иодометрическое определение олова. К аликвотной части раствора олова (II) добавляют 10 мл разбавленной (1:1) соляной кислоты, около 0,5 г металлического цинка, раствор оставляют до прекращения выделения пузырьков водорода.

Выделившийся осадок металлической сурьмы фильтруют, к фильтрату добавляют 1...2 мл 1%-ного раствора крахмала и 0,5...1 г  $\text{NaHCO}_3$  (создает защитный слой  $\text{CO}_2$  от доступа воздуха). Раствор титруют 0,025 н раствором иода до появления интенсивной синей окраски [10]. Для расчета количества олова в пробах использованы формулы (1) и (2) с учетом того, что слагаемые в формулах относятся к соответствующим компонентам.

Ниже приводятся данные содержания олова, которые составили в среднем 0,815% (0,83; 0,80) в пробах МФ и 0,08% (0,08; 0,08) в пробах АМ аккумуляторного лома.

Титриметрические методы определения железа в МФ. Известные перманганатометрический, бихроматометрический, титанометрический и другие методы окислительно-восстановительного характера применяют редко, так как требуется предварительное восстановление железа (III) [7,8], что вызывает определенные трудности.

За последние годы в заводских лабораториях для определения содержания железа в свинцовых и полиметаллических рудах и продуктах их металлургической переработки, в основном, применяют комплексонометрический метод [6].

Комплексон с ионами трехвалентного железа образует прочные комплексы как в кислой (до pH=1), так и в щелочной средах. Определение двухвалентного железа проводится в слабокислом растворе (pH=5...6). Однако в этих условиях свинец и другие двухвалентные металлы мешают определению железа.

При титровании железа (III) в качестве индикатора используют сульфосалициловую кислоту [11], которая с железом (III) образует менее прочное комплексное соединение лилового цвета. При титровании комплексоном соединение железа с индикатором разрушается, в результате

чего образуется более прочный комплекс железа с комплексоном, и в эквивалентной точке лиловая окраска переходит в желтую.

Титрование железа наиболее эффективно проводить в кислой среде с  $\text{pH}=1\ldots 1,5$ . При этом большинство металлов образуют неустойчивые комплексоны и не мешают определению железа. Мешают только сурьма и медь. При разложении пробы от сурьмы освобождаются выпариванием раствора с серной кислотой в присутствии бромидов, а от меди - осаждением железа (III) аммиаком. Комплексоны железа образуются медленно, поэтому раствор титруют в горячем состоянии ( $70\ldots 80^\circ\text{C}$ ) [12].

Ход анализа определения содержания железа в пробах МФ. В большинстве случаев железо определяется одновременно со свинцом, цинком, медью и другими металлами по ходу анализа, используя одну и ту же навеску. Все окисленные минералы железа хорошо растворяются в соляной, хуже в серной и почти не растворяются в азотной кислотах [6].

По ходу анализа образуется осадок в виде гидроксида железа  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , для растворения которого используют соляную кислоту (1:1). Избыток кислоты нейтрализуют аммиаком (1:1) по индикаторной бумаге конго (до фиолетового цвета) или по сульфосалициловой кислоте (до появления лиловой окраски раствора). Затем раствор подогревают до  $70\ldots 80^\circ\text{C}$  и добавляют 8...10 капель 15%-ного раствора сульфосалициловой кислоты. После этого раствор титруют комплексоном до изменения лиловой окраски раствора в ярко-желтую.

Для расчетов количества железа в пробах использованы формулы (1) и (2) с учетом того, что слагаемые в формулах относятся к соответствующим компонентам.

Содержание железа в пробах МФ аккумуляторного лома составило в среднем 0,221% (0,218; 0,224).

Методы определения меди. Для определения малых количеств меди ( $<1\%$ ) в растворах обычно применяют полярографические методы, а для анализа материалов с высоким содержанием меди - гравиметрические и титриметрические методы (после предварительного выделения меди из раствора или непосредственно без ее выделения) [7].

Гравиметрические и калориметрические методы определения меди, за редким исключением, на практике не применяются из-за отсутствия подходящих реагентов.

Определение меди в продуктах от свинцового производства методом электролиза также не практикуется из-за большого количества примесей, мешающих выделению меди на катоде. Поэтому чаще рекомендуются титриметрические методы определения меди [6].

Титриметрические методы определения содержания меди в пробах МФ. Йодометрический метод основан на реакциях восстановления йодидом калия



двухвалентных ионов меди (II) до одновалентных ионов меди (I). Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала в серно-кислой, азотно-кислой и уксусно-кислой средах (pH=3,5...5). При высокой кислотности происходит окисление йодид-ионов кислородом воздуха. Определению меди мешают железо, сурьма, мышьяк, селен, теллур, а также окислители и восстановители. Влияние железа (III) устраняется, связывая его во фторидный комплекс.

1 мл 0,1 н раствора тиосульфата натрия соответствует 6,36 мг меди.

Для определения меди применяют также комплексонометрический метод [12]. Медь с индикатором тетра (динатриевая соль бис-тетразолилазо-этилацетата) образует комплексное соединение вишневого цвета. В эквивалентной точке, когда вся медь оттитрована, индикатор освобождается, и цвет раствора резко меняется в зеленый.

Реакция взаимодействия меди с ЭДТА протекает на холоде и мгновенно. При этом одновременно титруются свинец, цинк, кадмий, никель, кобальт и другие металлические примеси. Поэтому необходимо предварительно медь выделить тиосульфатом натрия. Однако вместе с ней выделяются также висмут, мышьяк и сурьма [6].

В качестве индикатора нами был применен 1,2 пиридилазо-2-нафтол (ПАН). В присутствии уксусно-кислого буфера и ионов меди образуется комплекс фиолетового цвета. При добавлении ЭДТА комплексное соединение разрушается, вытесняется индикатор, и раствор приобретает зеленый цвет. Преимуществом этого индикатора является то, что ионы железа не мешают определению меди.

Последовательное титрование железа и меди в пробах МФ. В кислой среде сначала титруют железо в присутствии индикатора сульфосалициловой кислоты, затем в оттитрованный раствор добавляют раствор аммиака (индикатор конго) до приобретения фиолетовой окраски раствора. Далее добавляют 10...15 мл уксусно-кислого буфера (pH=5,5) и 8...10 капель индикатора ПАН и титруют раствором ЭДТА до исчезновения фиолетовой окраски и появления зеленого цвета. Для определения количества меди в навеске в процентах использованы формулы (1) и (2) с учетом того, что слагаемые в формулах относятся к соответствующим компонентам.

Содержание меди в пробах МФ аккумуляторного лома составило в среднем 0,029% (0,026; 0,030; 0,032).

**Заключение.** Проведен сравнительный анализ методов определения металлических примесей в виде сурьмы, висмута, олова, железа и меди в металлической фракции и активной массе отработанных свинцово-кислотных аккумуляторных батарей. Рассмотрены особенности разложения проб в различных компонентах аккумуляторного лома с учетом влияния мешающих

металлических примесей. Показано, что существующие стандартные методы невозможно применить в целом для определения содержания металлических примесей в микрограммовых количествах во вторичном свинцовом сырье и, в частности, в продуктах при переработке аккумуляторного лома. Усовершенствованы и откорректированы титриметрические методы определения содержания Sb, Bi, Sn, Fe и Cu в микрограммовых количествах в металлической фракции и активной массе аккумуляторного лома. Усовершенствованные методы рекомендуется применять в качестве аналитического контроля химического состава товарной продукции (металлический свинец и сплавы на основе свинца) при пирометаллургической переработке отработанных свинцово-кислотных аккумуляторных батарей. Это позволяет повторно использовать металлический свинец, содержащийся во вторичном свинцовом сырье, значительно уменьшить образование свинецсодержащих отходов, а также сберечь невозобновляемые природные ресурсы и сократить потребление энергии.

*Работа выполнена при финансовой поддержке фонда Государственного комитета по науке при Министерстве образования и науки РА, грант 15Т-2F166.*

#### Литература

1. **Смирнов М.П.** Рафинирование свинца и переработка полупродуктов. - М.: Металлургия, 1977. – 280 с.
2. Lead and Zinc in Batterias. ILZSG. - London, 2003. - 146 p.
3. **Lamm K.F.** Secondary Lead // Erzmetall. - 1998. - V.51, N 6. - P. 119-132.
4. **Тарасов А.В., Бессер А.А., Мальцев В.И., Сорокина В.С.** Металлургическая переработка вторичного свинцового сырья. – М.: Гинцветмет, 2005.- 224 с.
5. **Мартиросян М.В., Арстамян Ж.М., Агбальян Алла С.** Сравнительная характеристика методов определения металлических составляющих во вторичном свинцовом сырье // Вестник НПУА. Серия “Металлургия, материаловедение, недропользование”. - 2014.- Вып. 17, №2. - С. 40-48.
6. Методы аналитического контроля в цветной металлургии. Часть 1. - Руководство / М-во цветной металлургии СССР. - М.: Металлургия, 1976. - 327 с.
7. **Гиллебранд В.Ф., Лендель Г.Э., Брайт Г.А., Гофман Д.И.** Практическое руководство по неорганическому анализу. - М.: Госхимиздат, 1960. - 1016 с.
8. **Шарло Г.** Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений. Часть вторая. - М.: Химия, 1969. - 539 с.
9. **Черников Ю.А., Колодуб П.А.** Броматометрическое определение сурьмы в сплавах // Заводская лаборатория. - 1940. - Т.9, № 4. - С. 467-472
10. ГОСТ 5255-63. Сплавы типографские. Методы испытания.
11. **Фритц Дж., Шенк Г.** Количественный анализ. - М.: Мир, 1978. - 557 с.
12. **Шварценбах Г., Флашка Г.** Комплексонометрическое титрование. - М.: Химия, 1970. - 360 с.

13. Cifka J., Malat M., Suk W. Complexometric Determination of Bismuth in alloys // Coll. Czech. Chem. Comm. - 1956. - V.21, № 4. - P. 412-417.

*Поступила в редакцию 12.05.2016.  
Принята к опубликованию 21.10.2016.*

### **ՄԵՏԱՂԱԿԱՆ ԽԱՌՆՈՒԿՆԵՐԻ ԲԱՂԱԴՐՈՒԹՅԱՆ ՈՐՈՇՄԱՆ ԵՂԱՆԱԿՆԵՐԸ ԿԱՊԱՐ ՊԱՐՈՒՆԱԿՈՂ ՀՈՒՄՔՈՒՄ**

**Մ.Վ. Մարտիրոսյան, Ժ.Մ. Առստամյան, Հ.Բ. Սաֆարյան, Ա.Ս. Աղբալյան**

Առաջարկված են ակունուլյատորային ջարդոնի տեսքով կապար պարունակող հումքում միկրոգրամային քանակություններով մետաղական խառնուկների բաղադրության որոշման մեթոդներ՝ պիրոմետալուրգիական վերամշակումով մետաղական կապար ստանալիս կապարի կրկնակի օգտագործման համար: Հաստատվել է, որ կապար պարունակող հումքում ծարիրի, բիսմութի, անագի, երկաթի և պղնձի քանակները որոշելիս նպատակահարմար է կիրառել տիտրաչափական մեթոդները: Նկարագրված է ակունուլյատորային ջարդոնի բաղադրիչներում միկրոգրամային քանակություններով մետաղական խառնուկների անալիտիկ հսկողության ընթացքը: Ներկայացված են ակունուլյատորային ջարդոնի բաղադրիչներում ծարիրի, բիսմութի, անագի, երկաթի և պղնձի պարունակության հաշվարկման բանաձևերը: Դիտարկված են ակունուլյատորային ջարդոնի մետաղական ֆրակցիայում և ակտիվ զանգվածում ծարիրի, բիսմութի և անագի որոշման տիտրաչափական մեթոդները: Մետաղական ֆրակցիայի նմուշներում որոշվել է երկաթի և պղնձի պարունակությունը: Ստանդարտ մեթոդների հիման վրա կատարելագործվել են կապար պարունակող հումքում միկրոգրամային քանակություններով մետաղական խառնուկների բաղադրության որոշման եղանակները: Դրանք հաջողությամբ կարելի է կիրառել գործնականում անալիտիկ հսկողություն կապար պարունակող հումքի պիրոմետալուրգիական վերամշակման դեպքում:

**Առանցքային բաներ.** մետաղական խառնուկներ, տիտրաչափական մեթոդ, ակունուլյատորային ջարդոն, անալիտիկ հսկողություն, մետաղական ֆրակցիա, ակտիվ զանգված:

### **METHODS FOR DETERMINING THE CONTENT OF METAL IMPURITIES IN THE LEAD-RAW MATERIAL**

**M.V. Martirosyan, Zh.M. Arstamyan, H.B. Safaryan, A.S. Agbalyan**

Methods for determining metal impurities in the lead-raw material in microgram quantities in the form of scrap batteries at pyrometallurgical processing to obtain metallic lead for reusing lead are proposed. It is established that for determining the content of antimony, bismuth, tin, iron and copper in the lead-raw material, it is expedient to apply the titrimetric

methods. The process of analytical control of metal impurities in microgram amounts in the components of the battery scrap is described. The formulae for calculating the content of antimony, bismuth, tin, iron and copper components of the battery scrap are introduced. The titrimetric methods are considered for determining the content of antimony, bismuth and tin in the metallic fraction and the active mass of the battery scrap. The content of iron and copper in the metallic fraction samples is determined. Based on the standard methods, the ways for determining the content of metal impurities in microgram quantities in the lead-raw material are improved. The mentioned methods can successfully be applied in practice for analytical control at pyrometallurgical processing of the lead-raw material.

**Keywords:** metallic impurities, titrimetric method, battery scrap, analytical control, the metal fraction, the active mass.