МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (ВИМС)

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Химические методы

Инструкция №175-Х

МАГНИЙ

Москва
1980

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа Министра геологии № 496 от 29 октября 1976 г.

4. При выполнении анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами и Научным советом по аналитическим методам.

Воспроизводимость и правильность результатов анализа руд и горных пород оценивается согласно Методическим указаниям НСАМ "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ".

Примечание: Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим способом.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
Научный Совет по аналитическим методам
при ВИМСе

Химические методы
Инструкция № 175-Х

Согласовано
Начальник Управления
научно-исследовательских
организаций Мингео СССР
член коллегии
Н.П.Лаверов

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАГНИЯ С ТИТАНОВЫМ ЖЕЛТЫМ В ПОРОДАХ И РУДАХ

Всесоюзный научно-исследовательский институт
минерального сырья (ВИМС)

Москва, 1980

В соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. инструкция № I75-Х рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам к применению для анализа с пониженной точностью - IУ категория.

(Протокол № 34 от I6.Ш.79 г.)

Председатель НСАМ Г.В.Остроумов

Зам.председателя секции химических методов Л.Н.Любимова

Ученый секретарь Р.С.Фридман

Инструкция № I75-Х рассмотрена в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.Х.76 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 34 от I6.Ш.79 г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с I.УШ.80 г.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАГНИЯ С ТИТАНОВЫМ ЖЕЛТЫМ В ПОРОДАХ И РУДАХ[x/]

Сущность метода

Методика фотометрического определения окиси магния[1,3,4,5] основана на способности магния в форме коллоидной гидроокиси образовывать с красителем титановым желтым в щелочной среде окрашенное соединение.

Максимум светопоглощения этого соединения находится при λ =545 нм, изменение оптической плотности подчиняется закону Бугера-Беера при содержании окиси магния от I0 до I00 мкг в 50 мл раствора.

Интенсивность окраски соединения окиси магния с титановым желтым зависит от температуры, концентрации реагентов, порядка прибавления реактивов, pH раствора. Для стабилизации окрашенного коллоида используют раствор желатины, в присутствии которой он устойчив в течение двух дней при хранении в темноте.

Титановый желтый не является избирательным реактивом на магний. Окрашенные соединения с этим реагентом образуют железо, медь, никель, кобальт, свинец, цинк, олово, алюминий, кальций, марганец, титан.

Мешающее влияние железа, алюминия, титана устраняют, связывая эти металлы в комплекс с триэтаноламином при их низком содержании или осаждая их уротропином или аммиаком при высоком содержании.

Кальций связывают сахарозой или маннитом.

Мешающее влияние марганца устраняют добавлением триэтаноламина.

х/ Внесена химико-аналитической лабораторией ВИМСа. При составлении инструкции использованы материалы ЦЛ треста "Киевгеология" и ЦЛ Северо-Казахстанского ГУ.

Ввиду того, что влияние ряда элементов (Cu, Ni, Co, Pb, Zn, Sn) при определении магния по настоящей методике не устраняется, она рекомендуется для определения окиси магния только в материалах простого состава в интервале содержаний от 0,2 до 2%.

В табл. I приведены допустимые расхождения[2] при определении окиси магния, расхождения между повторными определениями по данным авторов инструкции и запас точности.

Таблица I

Допустимые расхождения[2] ($Д_{доп}$), фактические расхождения ($Д_{эксп}$) и запас точности ($Z = Д_{доп}/Д_{эксп}$)

Содержание MgO,%	$Д_{доп}$, отн.%	$Д_{эксп}$, отн.%	Z
I - I,99	26	48	0,5
0,5-0,99	36	48	0,8
0,2-0,499	46	48	0,9

Реактивы и материалы

I. Кислота серная d [x/] I,84, разбавленная I:I.
2. Кислота соляная d I,I9, разбавленная I:I и I:3.
3. Кислота фтористоводородная, 40%-ная.
4. Аммиак, 25%-ный раствор.
5. Натр едкий, 20%-ный раствор. Приготовляют 50%-ный раствор едкого натра х.ч. или ч.д.а., растворяя его в прокипяченной воде. Для получения 20%-ного раствора 400 мл отстоявшегося в течение нескольких дней 50%-ного раствора доливают водой до I л и перемешивают.
6. Калий пиросернокислый (пиросульфат калия), х.ч.
7. Гидроксиламин солянокислый, 5%-ный водный раствор.
8. Желатина, I%-ный раствор, свежеприготовленный и профильтрованный.
9. Сахароза или маннит.
I0. Титановый желтый, 0,I%-ный водный раствор. Хранится в

x/ d - относительная плотность.

темноте или в склянке из темного стекла (срок годности 7-10 дней).

11. Триэтаноламин, 10%-ный раствор.

12. Уротропин, 25%-ный и 0,5%-ный растворы.

13. Смесь для сплавления. Приготовляют смесь калия-натрия углекислого и буры, обезвоженной при 300-400°С, в отношении 2:1 и добавляют калийную селитру из расчета 0,5 г на 100 г смеси.

14. Стандартные растворы окиси магния.

Раствор А. Навеску 1,000 г высушенной при 110°С окиси магния х.ч. помещают в стакан емкостью 200 мл, добавляют 10 мл воды, осторожно приливают 25 мл соляной кислоты 1:1, кипятят несколько минут, остывший раствор переносят в мерную колбу на 1 л, доливают водой до метки и перемешивают. В 1 мл раствора А содержится 1 мг окиси магния.

Раствор Б. В мерную колбу на 50 мл помещают 10 мл раствора А, доливают водой до метки и перемешивают. В 1 мл раствора Б содержится 0,2 мг окиси магния.

Раствор В. В мерную колбу на 50 мл помещают 5 мл раствора Б, доливают водой до метки и перемешивают. В 1 мл раствора В содержится 20 мкг окиси магния. Раствор В готовят в день применения.

15. Бумага Конго.

Ход анализа

Разложение пробы

Бокситы. Навеску пробы 0,25 г помещают в платиновый тигель, смешивают с 2,5 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи или на паяльной горелке при 900-1000°С. Остывший сплав количественно переносят в стакан емкостью 250 мл соляной кислотой 1:3(50 мл), нагревают до полного растворения, доливают водой до 100 мл и осаждают полуторные окислы следующим образом: раствор нейтрализуют аммиаком по бумаге конго до ее побурения, приливают 20 мл 25%-ного раствора уротропина, нагревают до начала кипения и оставляют на 15-20 минут на теплой плитке для коагуляции осадка. Выпавший осадок гидроокисей отфильтровывают через

фильтр с красной или белой лентой. Осадок на фильтре промывают 6-8 раз теплым 0,5%-ным раствором уротропина. Фильтрат и промывные воды помещают в мерную колбу на 250 мл, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Железные руды. Навеску пробы 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 10 мл фтористоводородной кислоты, 5 мл серной кислоты 1:1 и, изредка перемешивая, нагревают на плитке до полного разложения. Раствор упаривают до появления густых паров серной кислоты, дают остыть, обмывают стенки чашки водой и снова упаривают до полного удаления избытка серной кислоты. К сухому остатку приливают 10 мл соляной кислоты 1:1 и нагревают до растворения солей[x]. Солянокислый раствор количественно переносят водой в стакан емкостью 250 мл, доливают водой до 100 мл и нейтрализуют аммиаком до появления легкой мути, которую затем растворяют, добавляя несколько капель соляной кислоты 1:1. Для осаждения полуторных окислов приливают 20 мл 25%-ного раствора уротропина и далее как при разложении бокситов. Фильтрат и промывные воды помещают в мерную колбу на 250 мл, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Силикаты. Навеску пробы 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, приливают 10 мл фтористоводородной кислоты, 5 мл серной кислоты 1:1 и нагревают до полного разложения. Раствор упаривают досуха. Сухой остаток сплавляют с 2-3 г пиросульфата калия. Сплав растворяют при нагревании в 10 мл соляной кислоты 1:1, переносят водой в стакан емкостью 250 мл и доливают водой до 100 мл. Для осаждения полуторных окислов раствор нейтрализуют аммиаком по бумаге конго до ее побурения, приливают 20 мл 25%-ного раствора уротропина и далее как при разложении бокситов. Фильтрат и промывные воды помещают в мерную колбу на 250 мл, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Кварциты. Навеску пробы 0,5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, добавляют 15-20 мл фтористоводородной кислоты, 3-5 мл серной кислоты 1:1 и нагревают на слабо нагре-

x/ Если остается нерастворившийся остаток, его следует отфильтровать, озолить, сплавить с содой, растворить в разбавленной 1:1 соляной кислоте и присоединить к основному фильтрату.

той плитке до полного разложения. Раствор упаривают досуха. Сухой остаток растворяют при нагревании в 10 мл соляной кислоты 1:1, раствор переносят в мерную колбу на 250 мл, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Известняки. Навеску пробы 0,5 г помещают в стакан емкостью 250 мл, смачивают водой, накрывают стакан стеклом и приливают соляную кислоту 1:1 небольшими порциями из капельницы через носик стакана до прекращения выделения углекислоты. Обмывают стекло и стенки стакана водой, добавляют 5 мл соляной кислоты 1:1, кипятят 5-10 минут и доливают водой до 100 мл. Для осаждения полуторных окислов раствор нейтрализуют аммиаком по бумаге конго до ее побурения, приливают 20 мл 25%-ного раствора уротропина и далее как при разложении бокситов. Фильтрат и промывные воды помещают в мерную колбу на 250 мл, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

Определение магния

Из анализируемого раствора, находящегося в мерной колбе на 250 мл, берут аликвотную часть[x] от 2 до 10 мл (если взято меньше 10 мл, доливают до этого объема раствором холостого опыта, проведенного через весь ход анализа), помещают в мерную колбу на 50 мл[xx] и доливают воду приблизительно до 25 мл. Последовательно добавляют 5 мл 5%-ного раствора гидроксиламина, 1 мл 0,1%-ного раствора титанового желтого, 1 мл свежеприготовленного 1%-ного раствора желатины, 10 мл 20%-ного раствора едкого натра, перемешивают после прибавления каждого реактива, доливают водой до метки и снова перемешивают.

Через 15 минут измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на фотоколориметре ФЭК-Н-57 со светофильтром № 5, ФЭК-56 со светофильтром № 6 или на спектрометре СФ-14 при λ = 535 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм. Раствором срав-

x/ При анализе известняков добавляют несколько крупинок сахарозы или маннита для удержания кальция в щелочном растворе. При анализе кварцитов прибавляют 1 мл 10%-ного раствора триэтаноламина для удержания в растворе небольших количеств железа, алюминия и титана.

xx/ При содержании в анализируемом материале от 0,5 до 10% марганца перед прибавлением всех реактивов в фотометрируемый раствор вводят 2 мл 10%-ного раствора триэтаноламина для устранения его мешающего влияния.

нения служит раствор холостого опыта, содержащий все указанные реактивы. Содержание окиси магния в растворе определяют по градуировочному графику.

Построение градуировочного графика

В мерные колбы на 50 мл помещают по I0 мл раствора холостого опыта и 0; 0,25; 0,50; I,0; I,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 мл стандартного раствора В, содержащего 20 мкг окиси магния в I мл (0; 5; I0; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80 мкг окиси магния). Последовательно добавляют те же реактивы, что и в анализируемый раствор. Измеряют оптическую плотность полученных растворов и строят график, откладывая по оси абсцисс содержание окиси магния в мкг, по оси ординат - величину оптической плотности.

Вычисление результатов анализа

Содержание окиси магния в анализируемом материале вычисляют по формуле:

$$C_{MgO} = \frac{A \cdot \gamma \cdot 100}{H \cdot a \cdot 10^6} \%,$$

где C_{MgO} - содержание окиси магния, %;

A - количество окиси магния, найденное по графику, мкг;

γ - общий объем анализируемого раствора (250), мл;

a - объем аликвотной части раствора, мл;

H - навеска, г.

Литература

I. Адамович В.И. Определение магния в воде методом колориметрического титрования. Зав.лаб. т. XIII, № 8, стр.935, I947.

2. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ. М., ВИМС, I975 г.

3. Сендел Е.Б. Колориметрическое определение следов металлов. Госхимиздат, I949 г.

4. Шарло Г. Методы аналитической химии. ч. 2, стр.868. "Химия". М., I969.

5. Шрайбман С.С. Колориметрическое определение магния с помощью титан-желтого. Зав.лаб. т. XIII, № 8, стр. 930, I947.

Инструкция № I75-Х

Заказ № 2I6. Л-69759. Подписано к печати I8/УШ-80 г.

Объем 0,7 уч.-изд.л. Тираж I000

Ротапринт ОЭП ВИМСа

ВНЕСЕНО
Научным советом по аналитическим методам
I.XII.1974г.

"УТВЕРЖДАЮ"
Начальник управления научно-исследовательских организаций Мингео СССР, член коллегии
25 декабря 1974г. Н.П.ЛАВЕРОВ

К Л А С С И Ф И К А Ц И Я

ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Количественный анализ

Категория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Коэффициент к допустимому среднеквадратичному отклонению
I	Особо точный анализ	Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения, регламентируемого инструкцией внутрилабораторного контроля[1] (см. Приложение)	0,33
II	Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,I%, должна лежать в интервале 99,5±I,50%	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,0I%, должна лежать в интервале 99,9±I,50%	
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения	0,33
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения	I
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,I%, должна лежать в интервале 99,5±0,80%	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,0I%, должна лежать в интервале 99,9±0,80%	
III	Анализ рядовых проб	Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
IУ	Анализ технологических продуктов	Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	I-2
У	Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
УI	Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
УII	Полуколичественный анализ		Воспроизводимость определения 4-I0 цифр (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68%
УIII	Качественный анализ		Точность определения не нормируется

[1] Методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", М., ВИМС, 1975г.

gost.e-ecolog.ru