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

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Спектральные методы

Инструкция № 114-С

ФТОР

МОСКВА
1972

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа ГГК СССР № 229 от I8 мая I964 года

7.Министерству геологии и охраны недр Казахской ССР, главным управлениям и управлениям геологии и охраны недр при Советах Министров союзных республик, научно-исследовательским институтам, организациям и учреждениям Госгеолкома СССР:

а) обязать лаборатории при выполнении количественных анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами, а также Научным советом, по мере утверждения последних ВИМСом.

При отсутствии ГОСТов и методов, утвержденных ВИМСом, разрешить временно применение методик, утвержденных в порядке, предусмотренном приказом от I ноября I954 г. № 998;

в) выделить лиц, ответственных за выполнение лабораториями установленных настоящим приказом требований к применению наиболее прогрессивных методов анализа.

Приложение № 3, § 8. Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим путем.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР

Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Спектральные методы
Инструкция № 114-С

СПЕКТРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)

Москва, 1972

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964г. инструкция № 114- С рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 20 от 30.XI.71г.)

Председатель НСАМ	В.Г.Сочеванов
Председатель секции спектральных методов	А.К. Русанов
Ученый секретарь	Р.С. Фридман

Инструкция № 114-С рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964г. Научным Советом по аналитическим методам (протокол № 20 от 30.XI.71г.) и утверждена ВКМСом с введением в действие с 1 апреля 1972г.

СПЕКТРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ[x)]

Сущность метода

Разработанный А.И. Лысенко и Л.М. Кратинской метод спектрографического определения фтора в горных породах заключается в испарении анализируемого образца (в смеси с буферным порошком) из канала угольного электрода в дуге переменного тока и в измерении интенсивности полосы CaF^+ методом фотографического фотометрирования[2,3].

Буферная смесь состоит из угольного порошка и углекислого кальция. Угольный порошок способствует равномерному испарению пробы. Углекислый кальций необходим для получения спектра CaF^+; кроме того, он уменьшает влияние химического состава образцов, стабилизирует температуру дуги и повышает воспроизводимость анализа.

Фтор определяют по резкому канту 529,10 нм полосы CaF^+. Внутренним стандартом служит фон спектра.

Анализ выполняют по методу трех эталонов. В качестве стандартных образцов используют смесь "пустой породы" и рассчитанных количеств флюорита.

Методика предназначена для определения 0,05–4% фтора в силикатных, карбонатных, фосфатных горных породах, содержащих повышенные количества фтора.

---

x) Внесена в НСАМ Центральной лабораторией Южно-Казахстанского ГУ, 1969.

Точность определения укладывается в допустимые расхождения (см табл.I) при условии, что образцы, содержащие I-4% F, анализируют дважды.

Таблица I

Допустимые расхождения[I]

Содержание фтора, %	Допустимые расхождения. отн. %
2-4,99	I8
I-I,99	26
0,5-0,99	30
0,2-0,499	37
0,I-0,I99	46
0,05-0,099	49

Реактивы и материалы

I. Кальций углекислый ч.д.а., истертый до -200 меш.
2. Спирт этиловый.
3. Флюорит[x)], прозрачные кристаллы без видимых включений других минералов (или искусственно выращенные). Кристаллы истирают до -200 меш.
4. Угли спектральные марки "С-3" диаметром 6 мм.
5. Угольный порошок из углей марки "С-3" крупностью -200 меш.
6. Фотопластинки "изохроматические", чувствительностью 65 ед. ГОСТа.
7. Обычные реактивы и принадлежности для обработки фотопластинок.
8. Буферная смесь. Тщательно смешивают 60 г угольного порошка и 40 г $CaCO_3$, истертых до -200 меш.

---

x) Вместо флюорита можно использовать образец, содержащий не менее I0% фтора. Содержание фтора должно быть установлено надежным методом.

9. Стандартные образцы. Отвешивают 9,178 г "пустой породы" [x], истертой до -200 меш. Из этого количества приблизительно 1,5-2 г помещают в ступку, добавляют 0,822 г флюорита и тщательно смешивают с добавлением спирта.

Прибавляют оставшуюся часть навески пустой породы и снова тщательно перемешивают с добавлением спирта. Получают 10 г стандартного образца, содержащего 4,00% фтора[xx].

5,00 г полученного воздушно сухого образца смешивают с 5,00 г пустой породы и тщательно истирают с добавлением спирта. Получают 10 г образца, содержащего 2,00% фтора[xx].

Разбавляя таким же образом полученный образец в два раза пустой породой, получают образец, содержащий 1,00% фтора.

Разбавляя каждый предыдущий образец пустой породой в два раза, получают серию стандартных образцов, содержащих 4,00; 2,00; 1,00; 0,50; 0,25; 0,125 и 0,0625% фтора.

Каждый стандартный образец смешивают с буферной смесью в отношении 2:1.

Аппаратура и принадлежности

1. Дифракционный спектрограф ДФС-8 с решеткой 600 штр/мм.
2. Генератор ДГ-2 .
3. Реостат регулировочный, расчитанный на силу тока 20 а. Реостат подключают к клеммам генератора ДГ-2.
4. Штатив дуговой вертикальный с осветителем и с [illegible] кировкой (например, из комплекта "АС").
5. Микрофотометр МФ-2.
6. Весы торсионные ВТ-200, ВТ-500 или аналитические.
7. Станок и фрезы для заточки электродов.
8. Ступка агатовая или яшмовая.
9. Секундомер.

---

x) Состав пустой породы должен быть близок к составу анализируемых образцов (силикатная или карбонатная порода, кварцит или их смеси). Пустая порода не должна содержать заметных количеств фтора: при испарении образца пустой породы с буферной смесью (см. ход анализа) на спектрограмме должен появляться квант 558,10 нм.

xx) При этом спирт должен полностью испариться.

Ход анализа

Навеску 0,100 г анализируемого образца крупностью -200 меш и 0,050 г буферной смеси тщательно истирают в ступке с добавлением спирта. Полученной смесью наполняют отверстия двух угольных электродов (см. рис.), погружая их в смесь. Один из этих электродов устанавливают в нижний держатель дугового штатива; верхним электродом служит цилиндрический электрод следующих размеров:

диаметр электрода	- 3,5 мм;
диаметр высверленного канала	- 2,5 мм;
глубина канала	- 5 мм;
длина обточенной части	-12 мм.

Канал верхнего электрода наполняют углекислым кальцием.

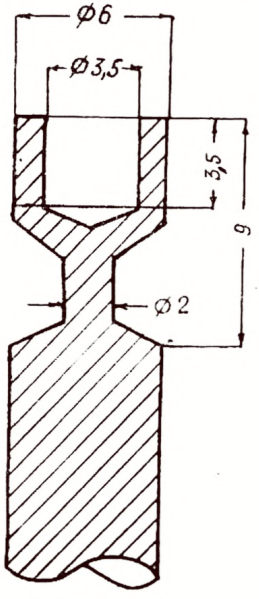

Рис. Нижний угольный электрод.

При помощи световой проекции электроды выводят на оптическую ось на таком расстоянии друг от друга, чтобы расстояние между их проекциями на экране составляло 3.5 мм, и включают генератор ДГ-2 при силе тока 15а. Спектр экспонируют в течение 2 мин.; при этом силу тока и дуговой промежуток поддерживают постоянными.

Каждый анализируемый и стандартный образец испаряют дважды.

Спектрограммы получают при следующих условиях:

1. Спектрограф - ДФС-8; спектр I порядка.
2. Освещение щели- стандартная трехлинзовая система.
3. Ширина щели - 0,020 мм.
4. Фотографируемый участок спектра - вблизи 530 нм.
5. Фотопластинки "изохроматические" чувствительностью около 65 единиц, размером 13 х 18 или 13 х 9 см.
6. Проявитель стандартный № I[x].
7. Высота отверстия в диафрагме на второй линзе осветительной системы должна быть заранее подобрана таким образом, чтобы для данной партии фотопластинок почернение фона вблизи полосы CaF^+ составляло бы 0,4-0,5.

После обработки фотопластинки фотометрируют резкий кант полосы 529,10 нм и фон (по минимуму) вблизи полосы в сторону коротковолновой области. Ширина щели микрофотометра при этом составляет 0,3 мм.

По результатам фотометрирования находят разность почернений (ΔS) полосы и фона. Значения ΔS для параллельных экспозиций усредняют.

По величине ΔS для стандартных образцов строят градуировочные графики в координатах $[\Delta S ; \lg C]$, где C- содержание фтора в стандартных образцах. Для содержаний фтора более 0,1% градуировочный график прямолинеен и имеет тангенс угла наклона около 0,5.

Так как анализируемые и стандартные образцы смешивают с буферной смесью в одном и том же соотношении, то никакие

---

x) Фотопластинки проявляют при очень темном красном свете или в полной темноте.

расчеты не нужны, и определяемые содержания находят непосредственно по градуировочному графику.

При содержании фтора I-4% определение повторяют из новой навески со следующей партией проб и за результат определения принимают среднее из двух результатов.

Литература

I. "Инструкция по внутрилабораторному контролю точности (воспроизводимости) результатов количественных анализов рядовых проб полезных ископаемых, выполняемых в лабораториях Министерства геологии СССР". М., I968.

2. Калинин С.К., Файн Э.Е. Спектральный анализ минерального сырья. Изд-во АН Каз. ССР, I962, книга П.

3. Огнев В.Р. Тр. Сибирск. физ.-техн. ин-та, I958, № 36, 28I.

Изъятые из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52 - Х № 53 - Х	№ 103 - Х
№ 92 - Х	№ II3 - Х
№ 90 - Х	№ II5 - Х
№ 9 - ИФ	№ II6 - ИФ

Сдано в печать 28.III-72г. Подписано к печати 11.У.72г.
Л-53336 Заказ № 28 Тираж 600
Ротапринт ОЭП ВИМСа

К Л А С С И Ф И К А Ц И Я

лабораторных методов анализа минерального сырья по их назначению и достигаемой точности

Категория анализа	Наименование анализа	Назначение анализа	Точность по сравнению с допусками внутрилабораторного контроля	Коэффициент к допускам
I.	Особо точный анализ	Арбитражный анализ, анализ эталонов	Средняя ошибка в 3 раза меньше допусков	0,33
П.	Полный анализ	Полные анализы горных пород и минералов.	Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в пределах 99,5-100,5%	
Ш.	Анализ рядовых проб	Массовый анализ геологических проб при разведочных работах и подсчете запасов, а также при контрольных анализах.	Ошибки анализа должны укладываться в допуски	I
IУ.	Анализ технологических продуктов	Текущий контроль технологических процессов	Ошибки анализа могут укладываться в расширенные допуски по особой договоренности с заказчиком.	I-2
У.	Особо точный анализ геохимических проб	Определение редких и рассеянных элементов и "элементов-спутников" при близких к кларковым содержаниях.	Ошибка определения не должна превышать половины допуска; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком.	0,5
УI.	Анализ рядовых геохимических проб.	Анализ проб при геохимических и других исследованиях с повышенной чувствительностью и высокой производительностью.	Ошибка определения должна укладываться в удвоенный допуск; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком.	2
УП.	Полуколичественный анализ	Качественная характеристика минерального сырья с ориентировочным указанием содержания элементов, применяемая при металлометрической съемке и др. поисковых геологических работах	При определении содержания элемента допускаются отклонения на 0,5-I порядок.	
УШ.	Качественный анализ	Качественное определение присутствия элемента в минеральном сырье.	Точность определения не нормируется	

gost.e-ecolog.ru