МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (В И М С)

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Химико-аналитические методы

Инструкция № 63-Х

ТОРИЙ

МОСКВА
1967

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа ГГК СССР № 229 от 18 мая 1964 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 1 ноября 1954 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

Химико-аналитические методы

Инструкция № 63-Х

ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОРИЯ С АРСЕНАЗО III, С АРСЕНАЗО И ТОРОНОМ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
/ВИМС/

Москва, 1967 г.

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 63-Х рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория.

/Протокол № 10 от 12 января 1967 г./

Председатель НСАМ В.Г.Сочеванов

Председатель секции химико-аналитических методов К.С.Пахомова

Ученый секретарь Р.С.Фридман

Инструкция № 63-Х рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным Советом по аналитическим методам /протокол № 10 от 12 января 1967 г./ и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 июля 1967 г.

ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОРИЯ С АРСЕНАЗО Ш, С АРСЕНАЗО И ТОРОНОМ[x/]

Сущность метода

Метод фотоколориметрического определения тория основан на способности тория образовывать цветные комплексные соединения с арсеназо Ш, арсеназо и тороном.

Арсеназо Ш

Ионы тория образуют с арсеназо Ш в сильнокислой среде прочное комплексное соединение зеленого цвета[4].

Максимум светопоглощения раствора комплекса тория с арсеназо Ш находится при длине волны 665 мик. Молярный коэффициент погашения в 4 н. соляной кислоте при длине волны 665 мкк равен 130,000. Изменение кислотности в пределах от 3 н. до 6 н. не влияет на величину оптической плотности раствора.

Равновесие в реакции тория с арсеназо Ш наступает быстро, оптическую плотность можно измерять сразу после прибавления реактивов. Окраска растворов устойчива в течение более 3 часов.

Закон Бугера-Беера соблюдается при содержании тория от 0,4 до 20 мкг в 25 мл раствора.

---

x/ Внесена в НСАМ химико-аналитической лабораторией ВИМСа, 1967 г.

В кислой среде комплексные соединения зеленого цвета с арсеназо Ш образует, кроме тория, цирконий и гафний, а также с окраской в 50-100 раз менее интенсивной редкоземельные элементы, уран УI, кальций. В 25 мл раствора допускается содержание редкоземельных элементов и урана УI до 300 мкг и кальция до 200 мкг.

Алюминий, олово IУ, свинец, молибден, вольфрам, ниобий и тантал, не образующие цветных соединений с арсеназо Ш в 4 н. солянной кислоте, не мешают определению тория, если их содержание не превышает 5 мкг в 25 мл раствора.

Титан в количестве более 0,5 мг в 25 мл раствора мешает определению тория, так как он образует с арсеназо Ш мелкокристаллический осадок, что вызывает нарушение закона Бугера-Беера.

Железо Ш и другие металлы, ионы которых обладают собственной окраской, мешают определению тория.

Для отделения тория от циркония, титана, урана УI, редкоземельных элементов, кальция, железа, никеля, меди др. элементов его осаждают в виде йодата из азотнокислого раствора, содержащего азотнокислую ртуть П, винную кислоту, перекись водорода и 8-оксихинолин[5,6]. Выделяющийся одновременно йодат ртути служит коллектором йодата тория. Винная кислота уменьшает соосаждение циркония и редких земель, а перекись водорода препятствует осаждению титана. Добавление в раствор 8-оксихинолина предупреждает каталитическое разложение перекиси водорода, что особенно важно в присутствии церия[6], меди, марганца и других металлов.

Хлор-ион, образующий с ртутью прочное соединение, мешает осаждению йодата ртути, поэтому при осаждении йодата тория он должен отсутствовать.

С йодатами тория и ртути могут соосаждаться следы /до 300 мкг/ циркония, редкоземельных элементов и железа.

При колориметрировании тория с арсеназо Ш цирконий /до 300 мкг/ маскируют прибавлением I мл I%-ного раствора щавелевой кислоты /I00 мг/; мешающее действие железа Ш устраняют, восстанавливая его до железа П аскорбиновой кислотой /5-I0 мг/.

Сульфаты при содержании их не более 500 мг и фосфаты при содержании не более I00 мг в 25 мл раствора не мешают определению.

Арсеназо и торон

Ионы тория образуют с арсеназо[2] при значении pH раствора I,5-2,0 комплексное соединение сине-фиолетового цвета. Максимум светопоглощения цветного комплекса находится при длине волны 570 ммк. Молярный коэффициент светопогашения при pH=2 составляет 22,000.

С тороном[3] при значении pH раствора 0,6-I,0 торий образует комплексное соединение розово-красного цвета. Максимум светопоглощения цветного комплекса находится при длине волны 545 ммк. Молярный коэффициент светопогашения при pH=I составляет I7,000.

Равновесие реакции тория с арсеназо и с тороном наступает через 5 минут после прибавления реактивов. Окраска устойчива в течение более 3 часов. Закон Бугера-Беера соблюдается при реакции с арсеназо для содержания тория от I до 70 мкг в 25 мл раствора, с тороном - для содержания от I до I25 мкг в 25 мл раствора.

В кислой среде /pH=0,6-2,0/ цветные комплексные соединения с арсеназо и с тороном образуют, кроме тория, цирконий, титан, железо Ш, а также с окраской, в 30-50 раз менее интенсивной,

уран УI, кальций, магний, алюминий, редкоземельные элементы. В присутствии железа П интенсивность окраски комплекса тория с арсеназо и с тороном уменьшается.

Сульфаты, фосфаты и фториды препятствуют образованию цветных комплексных соединений тория с арсеназо и с тороном.

Чувствительность торона по отношению к редкоземельным элементам ниже, чем арсеназо. Поэтому при определении тория в присутствии редкоземельных элементов, содержание которых превышает содержание тория, следует применять торон.

Окислители /перекись водорода, азотная кислота, йод/ и восстановители /аскорбиновая кислота, двухлористое олово/ снижают интенсивность окраски как самих реагентов, так и их комплексных соединений с торием и, следовательно, количество их в ходе анализа должно быть ограничено.

Так как определение тория с арсеназо и с тороном менее селективно, чем с арсеназо Ш, то в ходе анализа для более полного отделения тория от мешающих элементов его осаждают дважды: сначала в виде йодата, затем в виде оксалата из водно-ацетоновой среды[I], применяя в качестве соосадителя оксалат кальция.

Для устранения мешающего влияния оставшихся следов циркония при определении тория с арсеназо и с тороном в испытуемый раствор вводят винную кислоту /из расчета 50 мг на 25 мл раствора/.

Для компенсации влияния кальция, вводимого по ходу анализа, его содержание доводят до постоянной величины /50 мг/ и такое же количество его вносят в эталонные растворы при построении калибровочных графиков.

При определении тория с арсеназо Ш, арсеназо и тороном руды

и горные породы разлагают сплавлением с перекисью натрия. Сухие органические вещества предварительно прокализают с окисью магния, а затем полученные окислы сплавляют с перекисью натрия.

Метод позволяет определять торий в рудах и горных породах, плавиковом шпате, в сухих органических веществах и в других объектах с арсеназо и тороном при содержании: тория от 0,005 до 10% в присутствии до 5% циркония; с арсеназо Ш - при содержании тория от 0,0002 до 0,5% при неограниченном содержании циркония.

Допустимые расхождения[x/]

Содержание тория, %	Допустимые расхождения, отн.%
3 - 0,5	5 - 10
0,5 - 0,1	10 - 15
0,1 - 0,01	15 - 25
0,01 - 0,002	25 - 30
0,002 - 0,0002	30 - 50

Реактивы и материалы

1. Кислота азотная, d 1,40[xx/] и разбавленная 1:2.

2. Кислота серная, разбавленная 1:1.

3. Кислота соляная, d 1,19; разбавленная 1:5; d 1,12 /перегнанная/; 4 н. раствор /320 мл соляной кислоты d 1,19 разбавляют водой до 1 л/; 0,09 н. раствор /к 900 мл 0,1 н. соляной кислоты добавляют воды до 1 л/.

[x/] По опыту работы химико-аналитической лаборатории ВИМСа

[xx/] d - относительная плотность

4. Кислота аскорбиновая марки фармакоп. IX.

5. Кислота винная, 60%-ный раствор /600 г винной кислоты растворяют в воде и доливают до I л водой/ и I0%-ный раствор.

6. Кислота цавелевая, I%-ный и I0%-ный растворы.

7. Аммиак, 25%-ный раствор; разбавленный 2:5.

8. Натр едкий, 0,5%-ный раствор.

9. Аммоний азотнокислый, 0,5%-ный раствор. К I л раствора добавляют несколько капель 25%-ного раствора аммиака.

I0. Железо хлорное, I%-ный раствор.

II. Калий йодноватокислый, 6%-ный раствор /растворяют без нагревания/.

I2. Кальций хлористый, водный раствор. 28 г хлористого кальция растворяют в воде и доливают до I00 мл. I мл раствора содержит 50 мг кальция.

I3. Натрий уксуснокислый, насыщенный раствор.

I4. Ртуть азотнокислая, окисная, 3%-ный раствор. Навеску азотнокислой закисной ртути $/Hg_2/NO_3/_2.2H_2O/$ 3 г растворяют при нагревании в I0 мл азотной кислоты d I,40, добавляют I-2 мл пергидроля, выпаривают досуха и разбавляют водой до I00 мл.

I5. Окись магния.

I6. Перекись водорода, 30%-ный раствор /пергидроль/.

I7. Перекись натрия, ч., сухая, не содержащая карбоната натрия.

I8. Арсеназо [бензол-2-арсоновая кислота /I азо 2/-I,8-диоксинафталин - 3,6 дисульфокислота /динатриевая соль/], 0,05%-ный водный раствор.

I9. Арсеназо III [1,8-диоксинафталин - 3,6-дисульфокислота-2,7-бис /азо 2/ фениларсоновая кислота], 0,05%-ный водный раствор. Навеску 0,5 г арсеназо III помещают в мерную колбу на 1 л, прилива-

ют 300мл воды , 1 мл 10%-ного раствора едкого натра, взбалтывают в течение 5 мин., добавляют 1,2 мл соляной кислоты d 1,12 , доливают до метки водой и перемешивают. pH раствора должен быть равен 5.

20. 8-оксихинолин, I%-ный раствор в азотной кислоте I:I9.

2I. Торон [бензол - 2 арсоновая кислота - /I азо I/ - 2 окси-нафталин - 3,6-дисульфокислота, тринатриевая соль] , 0,I%-ный водный раствор.

22. Раствор для промывания осадка йодатов тория и ртути. В мерную колбу на I л вносят 60 мл азотной кислоты d I,40, 6 мл пергидроля, 200 мл 6%-ного раствора йодата калия, доливают до метки водой и перемешивают.

23. Раствор щавелевой кислоты в ацетоне. Щавелевую кислоту /$H_2C_2O_4.2H_2O$/ сушат при I00°C в течение 5 часов, измельчают и сушат еще I,5 часа. 40 г сухой щавелевой кислоты растворяют в I00 мл безводного ацетона /т.кип. 56°C/. В I5 мл раствора содержится 4 г щавелевой кислоты.

24. Стандартные растворы тория. Раствор А. 0,2380 г азотнокислого тория $Th(NO_3)_4.4\,H_2O$ растворяют в 0,I н. соляной кислоте, раствор переносят в мерную колбу на I л, доливают той же кислотой до метки и перемешивают.

I мл раствора А содержит I00 мкг тория.

Содержание тория в растворе проверяют весовым методом /осаждая гидроокись тория аммиаком, прокаливая осадок и взвешивая окись тория/.

Раствор Б. В мерную колбу на I л отбирают I00 мл раствора А и доливают до метки 0,I н. раствором соляной кислоты.

I мл раствора Б содержит I0 мкг тория.

25. Бумага конго.

Ход анализа

Разложение материала

Руды и горные породы. Навеску 0,05-1,0 г в корундитовом[x/] или фарфоровом тигле емкостью 50 мл смешивают с 4-8 г перекиси натрия, тигель помещают в муфель, нагретый до 700°С, и сплавляют до получения однородной массы.

Параллельно ведут глухой опыт.

Тигель со сплавом охлаждают, помещают в стакан емкостью 250 мл и постепенно вливают в тигель 25-30 мл воды. По окончании реакции тигель вынимают из стакана, ополаскивают водой, доводят объем раствора в стакане до 100 мл, добавляют /если осадок гидроокисей мал/ 2 мл 1%-ного раствора хлорного железа и кипятят 10 минут. Раствор фильтруют /фильтр средней плотности с белой лентой диаметром 9 см/ и осадок промывают три раза 0,5%-ным раствором едкого натра.

Битумы и другие твердые органические вещества. Навеску 0,05-1,0 г смешивают с 3-8 г окиси магния в фарфоровом тигле емкостью 25-50 мл. Тигель помещают в муфельную печь и, не закрывая ее, нагревают в течение 1,5 часов. Затем муфель закрывают, нагревают до 800-900°С и прокаливают в течение 3 часов. Содержимое тигля переносят в стакан емкостью 300 мл, смачивают водой и при нагревании добавляют азотную кислоту d 1,40 до растворения окиси и карбоната магния. К теплому раствору прибавляют 3 мл 1%-ного раствора хлорного железа, 25%-ный аммиак до слабого запаха и перемешивают. Остывший раствор фильтруют, осадок гидроокисей промывают два раза 0,5%-ным раствором азотнокислого аммония с несколькими

[x/] Новые корундитовые тигли предварительно прокаливают при 900-1000°С в течение 2-3 часов.

каплями аммиака. Фильтр с осадком переносят в корундитовый или фарфоровый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают. Остывший остаток в тигле смешивают с 4–8 г перекиси натрия и сплавляют в муфеле при 700°С до получения однородной массы. Параллельно ведут глухой опыт. Далее поступают так же, как при анализе руд и горных пород.

Осаждение тория в виде йодата

/при определении тория с арсеназо или с арсеназо и тороном/

Осадок гидроокисей растворяют на фильтре 18 мл горячей азотной кислоты 1:2, фильтр промывают 10 мл горячей воды и полученный фильтрат охлаждают на льду /в кристаллизаторе/. К холодному раствору прибавляют 1 каплю пергидроля, 0,5 мл 3%-ного раствора азотнокислой окиси ртути, 1 мл 1%-ного раствора 8-оксихинолина в азотной кислоте 1:19, 5 мл 60%-ного раствора винной кислоты и 10 мл 6%-ного раствора йодноватокислого калия. Если при этом не образуется осадок йодата ртути /что указывает не присутствие в растворе хлоридов/, то прибавляют дополнительно 6%-ный раствор йодноватокислого калия до появления осадка и еще 0,5 мл. Раствор разбавляют водой до 50 мл, перемешивают и оставляют на льду на 45 минут. Фильтруют /фильтр средней плотности с белой лентой диаметром 9 см/, добавив фильтробумажную массу, и осадок промывают 25 мл раствора для промывания.

Осадок растворяют на фильтре 15–20 мл горячей соляной кислоты 1:5, фильтр промывают горячей водой.

Если для определения тория применяют арсеназо Ш, то полученный солянокислый раствор подготавливают к колориметрированию. Если применяют арсеназо или торон, то торий дополнительно осаждают в виде оксалата.

Определение тория с арсеназо Ш

К раствору, полученному после растворения осадка йодатов в соляной кислоте, добавляют 3 мл серной кислоты I:I, 2,5 мл 10%-ного раствора щавелевой кислоты и выпаривают досуха. Если при этом остаток обугливается, прибавляют после охлаждения 2-3 мл серной кислоты I:I, несколько капель пергидроля и снова выпаривают досуха.

К сухому остатку приливают 15 мл соляной кислоты d I,12, нагревают до кипения и растворения осадка. Раствор фильтруют в мерную колбу на 25 мл, ополаскивая стакан и фильтр водой. Для восстановления следов железа Ш до железа П добавляют несколько кристалликов /5-10 мг/ аскорбиновой кислоты /до обесцвечивания раствора/, доливают водой до метки и перемешивают.

Примечание: при высоком содержании тория в исследуемом материале /0,3-0,5%/ после выпаривания раствора с серной кислотой сухой остаток растворяют в 50-75 мл 4 н. соляной кислоты, раствор фильтруют, фильтрат переносят в мерную колбу на 100 мл, восстанавливают железо Ш, добавляя 5-10 мг аскорбиновой кислоты, доливают до метки 4 н. соляной кислотой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 2-10 мл переносят в мерную колбу на 25 мл, добавляют I мл 10%-ного раствора щавелевой кислоты, 2,5 мл 0,05% ного раствора арсеназо Ш, доливают до метки 4 н. соляной кислотой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре ФЭК-Н-57 с красным светофильтром № 8 /максимум пропускания 656 ммк/ в кювете с толщиной слоя 30 мм по отношению к раствору сравнения.

Раствор сравнения готовят, отбирая соответственно 2-10 мл раствора, полученного в глухом опыте, и добавляя все реактивы в тех же количествах, что и при приготовлении испытуемого раствора.

Содержание тория в растворе определяют по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы на 25 мл помещают 0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мл стандартного раствора Б, содержащего 10 мкг тория в 1 мл /0; 2; 5; 15; 20 мкг тория/. Прибавляют по 1 мл 10%-ного раствора щавелевой кислоты, 2,5 мл 0,05%-ного раствора арсеназо III, доливают до метки 4 н. соляной кислотой и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют на ФЭК-Н-57 с красным светофильтром № 8 /λ 656 ммк/ в кювете с толщиной слоя 30 мм по отношению к нулевому раствору, не содержащему тория.

Строят график, откладывая по оси абсцисс содержание тория в мкг в 25 мл раствора, по оси ординат - величину оптической плотности.

Вычисление результатов анализа. Содержание тория в исследуемом материале вычисляют по формуле:

$$\% \text{ Th} = \frac{X \cdot V}{A \cdot H \cdot 10^6} \cdot 100,$$

где: X - количество тория, найденное по калибровочному графику, мкг;

V - объем испытуемого раствора, мл;

A - объем аликвотной части раствора, мл;

H - навеске, г.

№ 63-Х

Осаждение тория в виде оксалата при определении тория с арсеназо и тороном

Солянокислый раствор, полученный после растворения йодата, выпаривают на закрытой плитке до объема приблизительно I мл. К остатку, полученному после выпаривания, добавляют 30-40 мл воды, I мл раствора хлористого кальция /50 мг кальция/ и по каплям насыщенный раствор уксуснокислого натрия до покраснения бумаги конго /pH около 4/. Добавляют воды до 50 мл, 7,5 мл раствора щавелевой кислоты в ацетоне, перемешивают и кипятят I0 минут. Снова доливают водой до 50 мл, перемешивают и оставляют на ночь.

На следующий день раствор фильтруют /плотный фильтр с синей лентой диаметром 7 см/. Осадок промывают 3-4 раза I%-ным раствором щавелевой кислоты, переносят в фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и остаток прокаливают при температуре не выше 700°С. Остаток осторожно переносят из тигля в стакан емкостью 50 мл, тигель ополаскивают 5-6 мл соляной кислоты d 1,19 и сливают в тот же стакан. Раствор выпаривают до объема 0,5-I мл, добавляют I0-I2 мл воды, если нужно, фильтруют /фильтр средней плотности с белой лентой, диаметром 4,5 см/ в мерную колбу на 25 мл и промывают фильтр водой.

К раствору в мерной колбе добавляют аммиака 2:5 до покраснения бумаги конго /pH около 4/, затем соляную кислоту d I,I2 /2-3 капли/ до начала посинения бумаги конго /pH = 2-3/. Раствор доливают до метки 0,09 н. соляной кислотой и перемешивают. В полученном растворе определяют торий фотоколориметрически с арсеназо или с тороном.

Определение тория с арсеназо

5-20 мл раствора переносят в мерную колбу на 25 мл и добавляют раствор хлористого кальция с таким расчетом, чтобы довести содержание кальция до 50 мг. Прибавляют 0,5 мл 10%-ного раствора винной кислоты, 3 мл 0,05%-ного раствора арсеназо, доливают до метки 0,09 н. соляной кислотой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре ФЭК-Н-57 с желто-зеленым светофильтром № 6 /максимум пропускания 584 ммк/ в кювете с толщиной слоя 30 мм, по отношению к раствору сравнения.

Раствор сравнения готовят, отбирая соответственно 5-20 мл раствора, полученного в глухом опыте, и добавляя раствор хлористого кальция и все другие реактивы в тех же количествах, что и при приготовлении испытуемого раствора.

Содержание тория в испытуемом растворе определяют по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы на 25 мл помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 мл стандартного раствора Б, содержащего 10 мкг тория в 1 мл /0; 5; 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70 мкг тория/. Добавляют по 1 мл раствора хлористого кальция /50 мг кальция/, 0,5 мл 10%-ного раствора винной кислоты, 3 мл 0,05%-ного раствора арсеназо, доливают до метки 0,09 н. соляной кислотой и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоколориметре ФЭК-Н-57 со светофильтром № 6, в кювете с толщиной слоя 30 мм, по отношению к нулевому раствору, не содержащему тория.

Строят график, откладывая по оси абсцисс содержание тория в мкг, по оси ординат - величину оптической плотности раствора.

Содержание тория рассчитывают по той же формуле, что и при определении с арсеназо Ш.

Определение тория с тороном

5-20 мл раствора переносят в мерную колбу на 25 мл, добавляют раствор хлористого кальция с таким расчетом, чтобы довести содержание кальция до 50 мг. Прибавляют 0,5 мл 10%-ного раствора винной кислоты, 0,5 мл соляной кислоты d 1,12, 3 мл 0,1%-ного раствора торона, доливают до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре ФЭК-Н-57 с зеленым светофильтром № 5 /максимум пропускания 536 ммк/, в кювете с толщиной слоя 30 мм, по отношению к раствору сравнения.

Раствор сравнения готовят, отбирая соответственно 5-20 мл раствора, полученного в глухом опыте, и добавляя раствор хлористого кальция и все другие реактивы в тех же количествах, что и при приготовлении испытуемого раствора.

Содержание тория в испытуемом растворе определяют по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы на 25 мл помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 ..... 12,0 мл стандартного раствора Б, содержащего 10 мкг тория в 1 мл /0; 5; 10; 20; 30; 40 ..... 120 мкг тория/. Добавляют по 1 мл раствора хлористого кальция /50 мг кальция/, 0,5 мл 10%-ного раствора винной кислоты, 0,5 мл соляной кислоты d 1,12, 3 мл 0,1%-ного раствора торона, доливают до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоколориметре ФЭК-Н-57 со светофильтром

№ 5, в кювете с толщиной слоя 30 мм, по отношению к нулевому раствору, не содержащему тория.

Строят график, откладывая по оси абсцисс содержание тория в мкг в 25 мл раствора, по оси ординат - величину оптической плотности растворов.

Содержание тория рассчитывают по той же формуле, что и при определении с арсеназо Ш.

Литература

I. Зайковский Ф.В., Герхардт Л.И. Отделение тория от титана, циркония и других сопутствующих элементов методом гомогенного осаждения. Ж.анал.хим. I3, 5, 5I3 /I958/.

2. Кузнецов В.И. Об отыскании цветных реакций на торий, уран и другие элементы. Докл. АН СССР 3I, 9,895 /I94I/.

3. Кузнецов В.И. Цветная реакция на торий. Ж.общей химии I4, 9-I0, 9I4 /I944/.

4. Саввин С.Б. Фотометрическое определение тория и урана с реагентом арсеназо Ш. Доклады АН СССР I27, 6, I23I /I959/.

5. Фуртова Е.В., Садова Г.Ф., Иванова В.Н., Зайковский Ф.В. Фотометрическое определение тория в природных материалах с арсеназо Ш. Ж.анал.химии I9, I, 95 /I964/.

6. Grimaldi F.S., Jenkins L.B.,Fletcher M.H. Selective precipitation of thorium iodate from a tartaric acid-hidrogen peroxide medium. Application to rapid spectrophotometric determination of thorium in silicate rocks and in ores. Anal. Chem. 29, 5, 848(1957).

Технический редактор Л.Н.Хорошева

Сдано в печать 28/УI-67г. Подписано к печати 8/IX-67г.
Л81397 Заказ № 41 Уч.изд.л. 0,8 Тираж 900 экз.

Москва , Старомонетный пер.,29. 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
II.	Полный анализ	Полные анализы горных пород и минералов.	Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в пределах 99,5-100,5%	
III.	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
УII.	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.	
УIII.	Качественный анализ	Качественное определение присутствия элемента в минеральном сырье.	Точность определения не нормируется	

gost.e-ecolog.ru