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



Научный совет по аналитическим методам

Спектральные методы

Инструкция № 8-С

БЕРИЛЛИЙ

М О С К В А - 1965 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Спектральные методы
Инструкция № 8-С

СПЕКТРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕРИЛЛИЯ В РУДАХ И ПРОДУКТАХ ИХ ОБОГАЩЕНИЯ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья (В И М С)

Москва, 1965 г

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 8 - С рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб.

(Протокол № I от 25.XII.64 г.)

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

Инструкция № 8-С рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным Советом по аналитическим методам (протокол № 1 от 25.XII.64 г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1/УШ-65 г.

СПЕКТРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕРИЛЛИЯ В РУДАХ И ПРОДУКТАХ ИХ ОБОГАЩЕНИЯ[x/]

Сущность метода

Определение бериллия (I,3) основано на испарении анализируемого образца в смеси с буферным порошком из канала угольного электрода в дуге переменного тока и измерении интенсивности излучения фотографическим методом.

Буферная смесь состоит из углекислого стронция, угольного порошка и полевого шпата.

Применение углекислого стронция (потенциал ионизации стронция 5,69 эл-в) обеспечивает стабильность температуры пламени дуги и повышает воспроизводимость результатов анализов. Полевой шпат способствует нивелированию состава образцов и улучшает условия их испарения.

Бериллий определяют по его наиболее чувствительной линии 2348,61 А.

В качестве элемента сравнения используют барий, который близок к бериллию по своим свойствам и при введении в дугу в виде углекислой соли испаряется из образцов одновременно с бериллием.

Спектр регистрируют с помощью спектрографа ИСП-28.

Анализ проводят по методу трех эталонов. Стандартными образцами служат искусственные смеси минералов, в которые бериллий вводится в виде окиси.

При использовании стандартных образцов, приготовленных на смеси порошков кварца и полевого шпата, присутствие в анализируемых образцах до 90% SiO_2 , до 75% флюорита, а также больших количеств других компонентов не вызывает существенной систематической ошибки в результатах анализа.

---

x/ Внесена в НСАМ спектральной лабораторией ВИМСа, 1964 г.

Методика предназначена для определения бериллия при содержании от 0,003 до 0,05% BeO в бериллиевых рудах различного состава и в продуктах их обогащения.

Допустимые расхождения

Допустимые расхождения рассчитаны по данным внутрилабораторного контроля, проводившегося в соответствии с "Временной инструкцией по внутрилабораторному контролю" (2). Полученные данные приведены в таблице. Для сравнения даны допустимые расхождения, утвержденные названной "Инструкцией".

Средняя величина найденной концентрации, % окиси бериллия	Допустимые расхождения	
	для данной инструкции x/	утвержденные
0,01 - 0,03	22	40 - 22
0,005 - 0,01	25 - 22	60 - 40
0,003 - 0,005	25	-

Реактивы и материалы

1. Барий углекислый, ч.д.а.
2. Стронций углекислый, ч.д.а.
3. Окись бериллия.
4. Спирт этиловый.
5. Обычные реактивы и принадлежности для обработки фотопластинок.
6. Кварц.
7. Полевой шпат, содержащий 10-15% щелочных элементов (ортоклаз, микроклин, альбит и др.).
8. Электроды угольные, спектрально чистые, диаметром 5-6 мм.
9. Угольный порошок, спектрально чистый.
10. Фотопластинки диапозитивные, чувствительностью 1 ед. ГОСТа, размером 9 x 12 см.
11. Буферная смесь и стандартные образцы:

x/ По опыту работы спектральной лаборатории ВИМСа

а) приготовление буферной смеси

Приготовляют смесь углекислого стронция, угольного порошка, полевого шпата и углекислого бария в соотношении 10:10:4:1. При этом сначала смешивают и тщательно истирают в ступке углекислый барий и полевой шпат, потом добавляют углекислый стронций и в последнюю очередь-угольный порошок. Все исходные вещества должны быть проверены спектрально на отсутствие бериллия и растерты до крупности - 200 меш;

б) приготовление стандартных образцов

В качестве основы для приготовления стандартных образцов используют тщательно истертую в ступке смесь равных количеств кварца и полевого шпата, которые не должны содержать бериллия и бария.

Для получения первого стандартного образца тщательно смешивают окись бериллия с основой с таким расчетом, чтобы получить смесь, содержащую 0,1% BeO. При этом разбавление проводят в несколько стадий так, чтобы за один прием смесь разбавлялась не более, чем в 3-4 раза.

Последовательным разбавлением полученной смеси в 3 раза готовят всю серию стандартных образцов, содержащих 0,10;0,033, 0,011 и 0,0037% BeO.

Каждое разбавление сопровождается тщательным истиранием смеси в ступке с добавлением спирта.

Далее каждый стандартный образец смешивают с буферной смесью в отношении 1:5 и тщательно истирают.

Аппаратура и принадлежности

1. Спектрограф ИСП-28 с трехлинзовой осветительной системой (в связи с использованием горизонтальной дуги линзу с револьверной диафрагмой необходимо повернуть на 90^{0} вокруг оптической оси).
2. Горизонтальный дуговой штатив.
3. Балластный реостат и амперметр на 20 а.
4. Микрофотометр МФ-2.
5. Весы торзионные или аналитические.
6. Станок и фрезы для заточки электродов.
7. Ступка агатовая или яшмовая.

Ход анализа

Навеску анализируемой пробы 0,050 г и 0,250 г буферной смеси тщательно истирают в ступке с добавлением спирта. Полученной смесью с помощью воронки наполняют отверстия четырех электродов, имеющих следующие размеры:

I/ диаметр внешний - 3 мм;
2/ диаметр канала - 2 мм;
3/ глубина канала - 8 мм;
4/ длина проточенной части - I0 мм.

Два электрода устанавливают в горизонтальный штатив и зажигают электрическую дугу, питаемую переменным током силой I5-I8А через балластный реостат. Зажигание дуги достигается сведением электродов или кратковременным включением активизатора дуги.

Спектр экспонируют до полного выгорания пробы, на что требуется 3-4 минуты, после чего дуга обычно гаснет сама собой.

Дуговой промежуток, равный 4 мм, во время горения дуги поддерживают постоянным. Спектры анализируемых и стандартных образцов фотографируют дважды.

Спектрограммы получают при следующих условиях:

I/ спектрограф ИСП-28;
2/ освещение щели - стандартная трехлинзовая система;
3/ ширина щели - 0,020 мм;
4/ высота щели - 0,8 мм;
5/ фотографируемый участок спектра 2300-2400 $\mathring{A}$;
6/ фотопластинки - "спектрографические, тип I" или диапозитивные чувствительностью около I ед.ГОСТа;
7/ проявитель - стандартный, № I.

При фотографировании спектров в два столбика на фотопластинке размером 9 х I2 см можно разместить до I50 спектров.

После обработки фотопластинки фотометрируют линии Be I 2348, 6I А и Ba 2347, 58 А.

Находят разности почернений (ΔS) линий бериллия и бария, с помощью стандартных образцов строят градуировочный график в координатах (ΔS ; $\lg C$), где С - концентрация

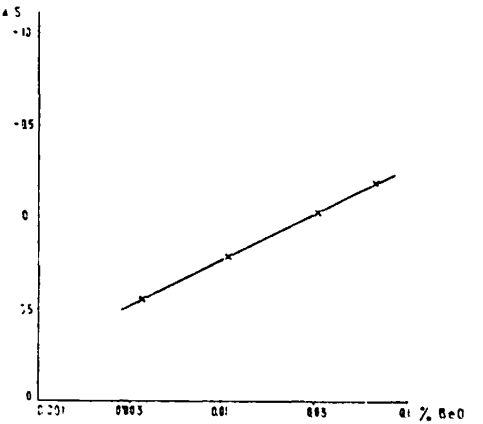

Рис. Градуировочный график для определения бериллия.

бериллия (% BeO), и по графику находят содержание бериллия в анализируемых образцах.

Типичный градуировочный график представлен на рисунке.

Литература

I. Алексеева В.М.,Русанов А.К. Спектральный метод количественного определения бериллия в рудах и минералах. Ж. аналит.химии, 1957, I2, № I.

2. Временная инструкция по внутрилабораторному контролю качества выполнения химических и количественных спектральных анализов полезных ископаемых в лабораториях системы МГ и ОН СССР, 1960 г.

3. Русанов А.К.,Алексеева В.М., Хитров В.Г. Количественное спектральное определение редких и рассеянных элементов в рудах и минералах. Госгеолтехиздат, М., 1960.

Сдано в печать 30/IX-65г. Подп. к печ. 25/IX-65г.
II03649 Заказ I82 Уч.изд.л.0,4 Тираж 500 экз.
Ротапринт ВИМСа

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.

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	

ВКЛЕИТЬ В ИНСТРУКЦИЮ № 8-С "СПЕКТРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕРИЛЛИЯ В РУДАХ И ПРОДУКТАХ ИХ ОБОГАЩЕНИЯ"

Дополнения

Инструкция № 8-С позволяет также определять бериллий при его содержании от 0,05 до 05% BeO в бериллиевых рудах и продуктах их обогащения/ IУ категория Классификации - анализ технологических продуктов/.

По опыту лаборатории фактические расхождения между параллельными определениями таких содержаний укладываются в удвоенную величину допустимых расхождений.

Бериллий определяют по линии Be I 2650,47 Å. Определению бериллия по этой линии мешает свинец при его содержании не менее 5%.

Для построения градуировочных графиков дополнительно готовят стандартные образцы с содержанием 0,5 и 0,25% BeO. Градуировочный график прямолинеен в области нормальных почернений.

В остальном ход анализа не отличается от описанного.

gost.e-ecolog.ru