

Marek SMOLIK

Instytut Chemii i Technologii
Nieorganicznej

**BADANIA NAD USUWANIEM JONÓW MAGNEZU Z SOLI WAPNIA.
ZASTOSOWANIE METOD STRĄCENIOWYCH**

Streszczenie. Zbadano możliwość zastosowania niektórych metod strąceniowych do usuwania magnezu z soli wapnia. Określono wpływ pH na ilość współstrąconego magnezu z osadami węglanu i szczawianu wapniowego oraz sposób współstrącania magnezu podczas frakcjonowanego strącania CaCO_3 i CaC_2O_4 . Część badań przeprowadzono w oparciu o technikę strącania z roztworów homogenicznych (metoda mocznikowa, metoda z zastosowaniem szczawianu dwuetylu). Badano wpływ materiałów naczyń na czystość otrzymywanych trudno rozpuszczalnych soli wapnia. Zawartość magnezu analizowano metodą spektrograficzną w zakresie stężeń $1 \cdot 10^{-2}$ – $1 \cdot 10^{-4}\%$. Dla zawartości magnezu mniejszych od $1 \cdot 10^{-4}\%$ stosowano porównywanie zaczerpień jego linii analitycznych na przekształconej skali zaczerpień P.

Wstęp

Najbardziej rozpowszechnionymi i stosunkowo najprostszymi metodami rozdzielania wapnia i magnezu są metody strąceniowe, które wykorzystują różną rozpuszczalność soli obu pierwiastków zarówno w wodzie jak i w niektórych rozpuszczalnikach organicznych.

W celu rozdzielania wapnia i magnezu wykorzystuje się zwykle metodę szczawianową [1-11, 20, 24].

Małe ilości wapnia oddziela się od magnezu wykorzystując słabą rozpuszczalność siarczanu wapniowego w alkoholu metylowym lub etylowym [12, 13] lub osadzając na siarczanie strontu w środowisku alkoholu etylowego [14].

Stosuje się także wstępne oddzielenie dużych ilości magnezu przez strącanie wodorotlenkiem sodu w postaci $\text{Mg}(\text{OH})_2$ [15, 16], używając niekiedy EDTA w celu zamaskowania wapnia [17, 18].

Natomiast, gdy przeprowadza się strącanie wapnia w postaci węglanu wprowadza się sole amonowe w celu zapobiegnięcia wytrąceniu wodorotlenku magnezu. Stwierdzono, że bardziej efektywny od NH_4Cl jest $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ [15].

Rzadziej oddziela się wapń od magnezu w postaci wolframianu [8, 9, 19, 21], molibdenianu [8, 9, 22, 23], pikrolonianu [25], czy stosując kwas salicylohydroksamowy [26].

Przedstawione metody rozdzielania były opracowywane i udoskonalane dla układów zawierających mniej więcej równoważne ilości wapnia i magnezu i miały na celu dokładne ilościowe oddzielenie obu pierwiastków z wykorzy-

stanem tego w analizie ilościowej. Niektóre z tych metod są stosowane w preparatyce związków wapnia i magnezu o wysokim stopniu czystości.

Przy otrzymywaniu soli wapnia wysokiej czystości magnez jest jednym z głównych zanieczyszczeń i stosunkowo trudnym do usunięcia. Stosowano w tym celu strącanie magnezu w postaci $MgNH_4PO_4$, 8-hydroksychinolinianu, wodorotlenku i szczawianu (kwasem szczawiowym). Strącanie $MgNH_4PO_4$ i 8-hydroksychinolinianu magnezu nie prowadziło do oczyszczenia soli wapnia od magnezu; częściowe oczyszczenie można było uzyskać współstrącając wodorotlenek magnezu na tlenku wapnia z roztworu $CaCl_2$ przy $pH \approx 11$; najlepsze usunięcie magnezu z soli wapnia następowało w wyniku strącania szczawianu wapniowego kwasem szczawiowym [27].

Podane wyniki miały charakter jakościowy; oparte były na stwierdzeniu obecności i na wizualnej ocenie natężenia linii spektralnej magnezu w zdjęciach spektrograficznych, otrzymywanych próbek tlenku lub szczawianu wapniowego [27].

Celem niniejszej pracy było zbadanie współstrącania się magnezu z niektórymi trudno rozpuszczalnymi solami wapnia oraz wpływu materiałów naczyni na zanieczyszczenie magnezem tych soli, przy wykorzystaniu analizy spektralnej, a także ocena stężenia magnezu w otrzymywanych próbkach węglanu wapniowego.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

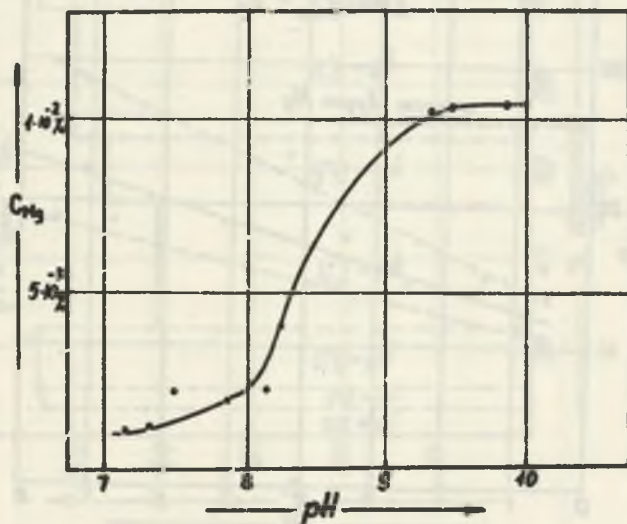
Badania przeprowadzono używając 2,5 M roztwór $CaCl_2$ otrzymany z $CaCl_2 \cdot 6H_2O$ cz.d.a. firmy POCh o zawartości $10^{-2}\%$ magnezu. Wszystkie roztwory przygotowywano używając wodę redestylowaną z aparatury kwarcowej. Roztwór 3 M $(NH_4)_2CO_3$ otrzymano nasycając wodę redestylowaną gazowym amoniakiem w butelce polietylenowej, a następnie gazowym dwutlenkiem węgla.

Otrzymywane próbki soli wapnia przeprowadzone w węglany analizowano spektrograficznie korzystając z wzorców sporządzonych na podstawie $CaCO_3$ o niskiej zawartości magnezu. Analizy wykonywano na spektrografie średniej dyspersji Q-24, stosując łuk prądu stałego o natężeniu 6 A i czas ekspozycji 60 sekund. Wykorzystano linie magnezu 280,2 nm i 285,2 nm mierząc ich zaczernienie względem tła na przekształconej skali zaczernień P.

1. Strącanie węglanu wapniowego przy różnych końcowych wartościach pH

W zlewce szklanej (szkło "Simax") umieszczono 10 cm^3 roztworu $CaCl_2$. Buforem amoniakalnym o $pH = 10$ oraz stężonym HCl doprowadzano roztwór do $pH = 7-10$, a buforem amoniakalnym o $pH = 10$ oraz stężonym NH_3aq do $pH = 10,5-11$. Roztwory ogrzewano na łaźni wodnej i dodawano mieszając 10 cm^3 gorącego 3 M roztworu $(NH_4)_2CO_3$. Zlewkę pozostawiano jeszcze na kilka minut na łaźni wodnej i po opadnięciu osadu sączono przez lejek ze splekiem. Po dwukrotnym przemyciu gorącą wodą z dodatkiem $(NH_4)_2CO_3$ osad suszono w

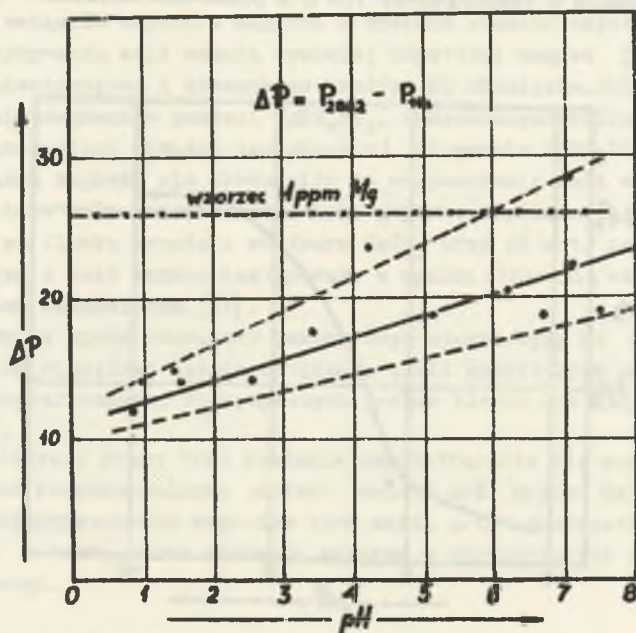
tyglach kwarcowych w temperaturze 110°C i poddawano analizie. W przesączu oznaczano pH.



Rys. 1. Zależność ilości współstrąconego magnezu z osadem węglanu wapniowego od pH końcowego strącania

2. Strącenie szczawianu wapniowego przy różnych końcowych wartościach pH

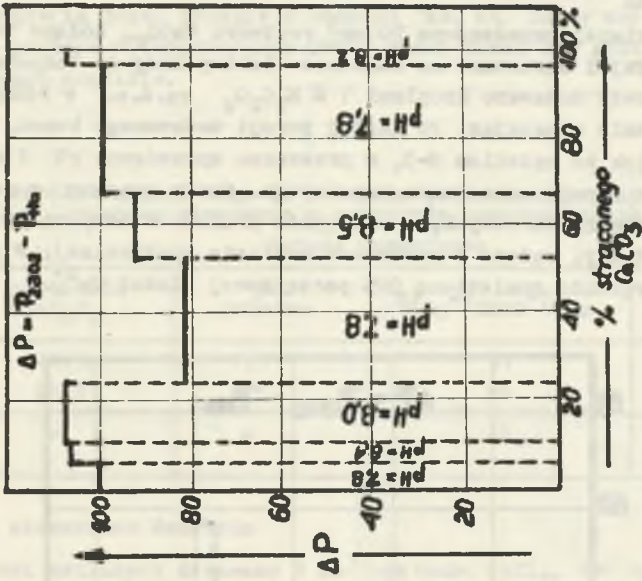
W zlewce szklanej (szkło "Simax") umieszczano 4 cm^3 roztworu CaCl_2 i dodawano 75 cm^3 wody redestylowanej. W drugiej zlewce szklanej rozpuszczano $1,15 \text{ g H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ cz.d.a. firmy POCh ($1,5 \cdot 10^{-3}\%$ Mg) w 50 cm^3 wody redestylowanej, a następnie dodawano różne ilości stężonego $\text{NH}_3 \text{ aq}$ ($0-3 \text{ cm}^3$) w celu uzyskania strącenia przy różnych końcowych wartościach pH. Roztwór z drugiej zlewki ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ o różnym stosunku kwasu do soli) umieszczano w biurecie i dodawano kroplami do roztworu CaCl_2 , ogrzewanego na kuchence elektrycznej (temp. $\sim 80^{\circ}\text{C}$), podczas intensywnego mieszania. Czas dodawania wynosił 1 godz. (Pierwsze porcje odczynnika były dodawane wolnej). Po dodaniu całkowitej ilości odczynnika strącającego gotowano jeszcze osad z roztworem, a następnie odstawiano na 4 godz. Po przesączeniu przez lejek ze spiekem G3 osady przenoszono do naczyń kwarcowych, suszono w temperaturze 110°C , a następnie prażono w temperaturze 550°C przez 2,5 godz. Otrzymane próbki CaCO_3 poddawano analizie. W przesączu oznaczano pH.



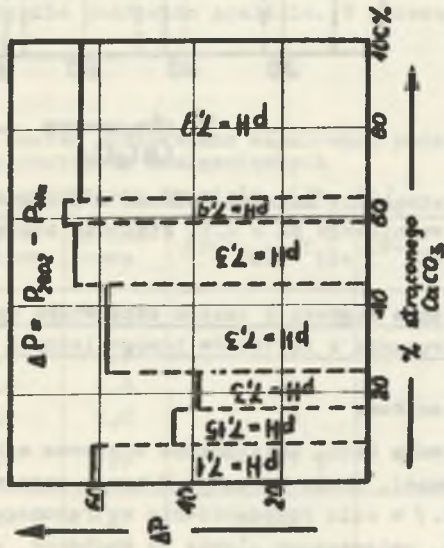
Rys. 2. Zależność ilości współstrąconego magnezu z osadem szczawianu wapniowego od pH końcowego strącania

3. Frakcjonowane strącanie węglanu wapniowego

- a. 10 cm³ roztworu CaCl₂ umieszczano w zlewce szklanej na łożni wodnej i dodawano kroplami mieszając 0,3 M roztwór (NH₄)₂CO₃ z biurety. Po dodaniu odpowiedniej porcji roztworu strącającego osad sączone przez lejek ze spiekem G-3; w przesączu mierzono pH i ponownie strącano następną porcją CaCO₃. Otrzymane próbki CaCO₃ suszono, ważono i poddawano analizie spektrograficznej.
pH roztworów wahało się w granicach 7,1-7,4; główna część osadu (ostatnie 36%) była strącana przy pH = 7,9.
- b. Podobnie przeprowadzono badania współstrącania magnezu podczas frakcjonowanego strącania CaCO₃ przy pH zmieniającym się w granicach 7,8-8,5 z roztworu CaCl₂ o początkowej zawartości 0,5% Mg.



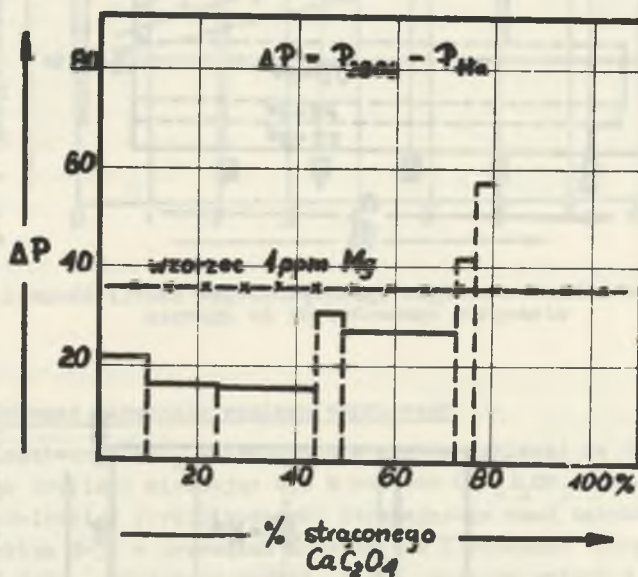
Rys. 4. Współstrącanie magnezu podczas frakcjonowanego strącania węglań wapniowego pH = 7,8-8,5 stężenie początkowe Mg = 0,5%



Rys. 3. Współstrącanie magnezu podczas frakcjonowanego strącania węglań wapniowego pH = 7,1-7,4 stężenie początkowe Mg = 10⁻²%

4. Fracjonowane strącanie szczawianu wapniowego kwasem szczawiowym przy $\text{pH} = 0,5$

W zlewce szklanej umieszczono 20 cm^3 roztworu CaCl_2 , dodano 50 cm^3 wody redestylowanej i ogrzewano na kuchenke elektrycznej do temperatury około 80°C . Z biurety dodawano kroplami $1 \text{ M H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ cz.d.a. w różnych ilościach intensywnie mieszając. Po każdej porcji dodawanego kwasu, osad sączono przez lejek ze spiekłem G-3, w przesączu sprawdzano pH i następnie strącano dalsze porcje szczawianu wapniowego. Osady suszono w temperaturze 110°C w tyglach kwarcowych, a następnie prażono w temperaturze 550°C w ciągu 2,5 godziny, ważono i poddawano analizie spektralnej. W przesączu po ostatnim strąceniu znaleziono 20% początkowej ilości Ca^{2+} .



Rys. 5. Współstrącanie magnezu podczas frakcjonowanego strącania szczawianu wapniowego $\text{pH} = 0,5$; stężenie początkowe $\text{Mg} = 10^{-2}\%$

5. Współstrącanie magnezu z osadem szczawianu wapniowego podczas strącania z roztworów homogenicznych

a) metoda mocznikowa

5 cm^3 roztworu CaCl_2 umieszczono w zlewce szklanej, dodano 300 cm^3 wody redestylowanej, około 14 cm^3 1 M kwasu szczawiowego cz.d.a. oraz 25 cm^3 6 N HCl (dest.) w celu rozpuszczenia wytrąconego osadu. Następnie wsypano 40 g mocznika, umieszczono zlewkę na kuchenke elektrycznej i ogrzewano około 2 godziny w temperaturze około 97°C . Pojawiło się wtedy pierwsze zmętnienie. Strącanie przerwano po 10 minutach, przefiltrowano grubokrysta-

liczny osad szczawianu wapnia i zbadano pH przesącza. Przesącz gotowano dalej aż do całkowitego strącenia osadu, zbadano pH końcowe oraz całkowitość strącenia przez dodanie stężonego NH_3 aq. Osady szczawianu wapnia suszono i prażono w temperaturze 550°C przez około 2,5 godziny, a następnie poddawano analizie.

Tablica 1

Współstrącanie magnezu z osadem szczawianu wapniowego podczas strącania z roztworów homogenicznych
Metoda mocznikowa

Lp.	% strącenia CaC_2O_4	pH końcowe	$\Delta P_{\text{Mg}=\text{P}2802-\text{P}_{\text{t}2\text{a}}}$	Uwagi
1	74,5	1,3	31	
2	25,5	6,7	56	
3	-	-	46	wzorzec 1 ppm Mg

b) Metoda szczawianu dwuetylu

Do zlewek szklanych dodawano 2 cm^3 roztworu CaCl_2 , 100 cm^3 wody redetylowanej, różne ilości szczawianu dwuetylu i doprowadzano stężony NH_3 aq do różnych początkowych wartości pH. Zlewki ogrzewano na łaźni wodnej około 2,5 godziny w temperaturze około 80°C do pojawienia się zmętnienia, a potem jeszcze przez 15 minut. Wydzielony grubokryształiczny osad sączono przez lejek ze spiekem, następnie suszono i prażono przez 2,5 godziny w temperaturze 550°C , a następnie poddawano analizie. W przesącza oznaczano pH końcowe strącania.

Tablica 2

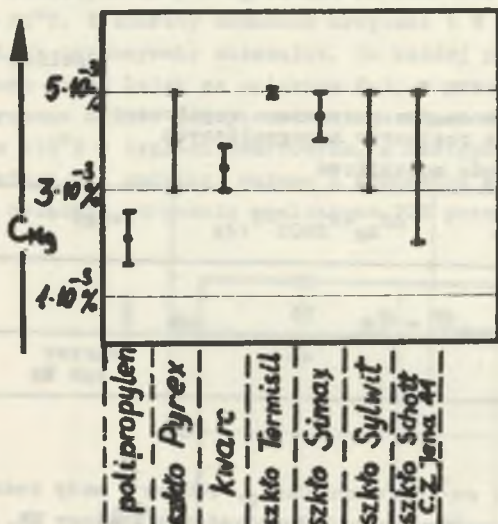
Współstrącanie magnezu z osadem szczawianu wapniowego podczas strącania z roztworów homogenicznych

Metoda szczawianu dwuetylu (Et_2Ox)

Lp.	Rodzaj naczynia	Nadmiar (Et_2Ox)	pH początkowe	pH końcowe	$\Delta P_{\text{P}2802-\text{P}_{\text{t}2\text{a}}}$	$\Delta P_{\text{P}2852-\text{P}_{\text{t}2\text{a}}}$	Uwagi
1	Szkło	50%	9,0	4,5	14	55	
2	Szkło	250%	8,5	1,5	11	45	
3	Szkło	500%	3,8	1,0	10	43	
4	Szkło	500%	3,8	1,0	9	38	
5	Polipropylen	500%	3,8	1,0	7	37	
6	-	-	-	-	26	80	wzorzec 1 ppm Mg

6. Zależność ilości magnezu współstrąconego z węglanem wapniowym od rodzaju naczyń, w których przeprowadzano strącenie

Do zlewek z polietylenu, kwarcu i różnych gatunków szkła odpipetowano po: 20 cm³ wody redestylowanej, 10 cm³ roztworu CaCl₂, 2 cm³ roztworu stę-



Rys. 6. Zależność zawartości magnezu w węglanie wapniowym od rodzaju naczyń, w których przeprowadzano strącenie
pH = 8,5; stężenie początkowe Mg - 10⁻²%

żonego NH₃ aq. Następnie dodawano w temperaturze pokojowej, mieszając 10 cm³ (NH₄)₂CO₃. Osady pozostawiono na około 2,5 godziny, a następnie sączono przez lejek ze spiekem G-3. Osady suszono w temperaturze 100°C i poddawano analizie spektralnej. W przesączu badano pH, które wynosiło we wszystkich przypadkach 8,5.

7. Zależność ilości magnezu współstrąconego ze szczawianem wapniowym od rodzaju naczyń, w których przeprowadzano strącenie

Z roztworu CaCl₂ strącono kwasem szczawiowym (pH < 1) na gorąco 10 g szczawianu wapniowego. Osad po przesączeniu przemywano gorącą wodą redestylowaną, a następnie suszono w suszarce. Część szczawianu wapniowego prażono do węglanu (seria A) i roztwarzano następnie w różnych gatunkach naczyń (szkło, kwarc, polipropylen) stężonym HCl spektralnie czystym. Drugą część szczawianu wapniowego roztwarzano stężonym HNO₃ spektralnie czystym w różnych gatunkach naczyń (seria B).

Następnie w obu przypadkach strącono osad szczawianu wapnia kwasem szczawiowym spektralnie czystym (10⁻⁵% Mg). Osad dekantowano i po przemyciu przez dekantację wodą redestylowaną umieszczano w tyglach kwarcowych w suszarce, a następnie prażono przez 2,5 godziny w temperaturze 550°C. Otrzymane osady poddawano analizie spektrograficznej.

Tablica 3

Zależność ilości magnezu współstrąconego ze szczawianem wapniowym od rodzaju naczyń, w których przeprowadzono strącenie

Lp.	Seria	Rodzaj naczyń	pH końcowe	$\Delta P=P_{2802}-P_{t\lambda}$	$\Delta P=P_{2852}-P_{t\lambda}$	Uwagi
1	O	Szkło Simax ČSN	1	11	47	Analiza po I strąceniu CaC_2O_4
2	A	Szkło Simax ČSN	1	-	-	-
3	A	Kwarc	1	14	49	-
4	A	Polipropylen	1	9	48	-
5	B	Szkło Simax ČSN	1	10	45	-
6	B	Kwarc	1	10	47	-
7	B	Polipropylen	1	7	35	-
8	-	-	-	24	79	wzorec 1 ppm Mg

8. Omówienie wyników i wnioski

1. Współstrącanie magnezu z osadem węglanu wapnia zależy od pH końcowego strącania. Wpływ ten jest szczególnie widoczny przy wzroście pH od 8-9. Ilość współstrąconego magnezu wzrasta wtedy prawie dziesięciokrotnie.
2. Z osadem szczawianu wapniowego współstrąca się znacznie mniej magnezu niż z węglanem wapniowym. Związane jest to z większą różnicą rozpuszczalności szczawianów wapnia i magnezu od różnicy rozpuszczalności węglanów tych pierwiastków (tablica 4) oraz ze zdolnością tworzenia rozтворów przesyconych przez szczawian magnezu.

Tablica 4

Ujemne logarytmy iloczynów rozpuszczalności wapnia i magnezu - pK_{So}

Anion	$pK_{So} Ca$	$pK_{So} Mg$	$pK_{So} Ca - pK_{So} Mg$
CO_3^{2-}	8,4	5,0	3,4
$C_2O_4^{2-}$	8,6	4,1	4,5

- Daje się zauważyć zależność ilości współstrąconego magnezu od pH końcowego strącania szczawianu wapniowego. Jednak wyniki, zwłaszcza dla wyższych wartości pH, charakteryzują się dużym rozrzutem, co związane jest z trudnością utrzymywania w tych przypadkach identycznych warunków strącania (przy wyższych wartościach pH większe jest stężenie jonów $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ w roztworze strącającym, stąd osiągane są szybciej większe prześycenia roztworów szczawianów, a tym samym większe szybkości strącania osadów mimo jednakowej szybkości dodawania odczynnika strącającego).
3. Badania frakcjonowanego strącania węglanu wapniowego wykazują, że ilość współstrąconego magnezu zależy od jego początkowego stężenia w roztworze CaCl_2 oraz, że magnez współstrąca się prawie równomiernie z węglanem wapnia przy pH 7,1-7,4 (początkowe stężenie magnezu $1 \cdot 10^{-2}\%$) i przy pH 7,8-8,5 (początkowe stężenie magnezu 0,5%). Stąd metoda ta jest bardzo mało efektywna w usuwaniu małych ilości magnezu z soli wapnia.
 4. Podczas frakcjonowanego strącania szczawianu wapniowego kwasem szczawiovym przy pH = 0,5 nie uzyskuje się całkowitego strącania szczawianu wapniowego. Ilość współstrąconego magnezu jest znacznie mniejsza niż w przypadku węglanu i wzrasta z procentem strącania szczawianu wapniowego, zwłaszcza w ostatnich frakcjach dających się strącić w tych warunkach. Zastosowanie kwasu szczawiovego jako odczynnika strącającego pozwala obniżyć początkowe stężenie magnezu w solach wapnia ($1 \cdot 10^{-2}\%$ Mg) o dwa rzędy wielkości.
 5. W wyniku strącania szczawianu wapniowego z roztworów homogenicznych otrzymuje się grubokrystaliczny, łatwo sączący się osad. Czystość jego jest zależna od pH końcowego strącania szczawianu wapniowego, co jest szczególnie wyraźne w metodzie mocznikowej. W wypadku strącania szczawianu wapniowego w wyniku hydrolizy szczawianu dwuetylu wpływ pH jest mniej wyraźny. Otrzymane osady zawierają mniej współstrąconego magnezu w porównaniu ze zwykłym strącaniem szczawianu wapniowego kwasem szczawiovym przy takich samych wartościach pH.
 6. Stwierdzono niewielki wpływ materiałów naczyń na zawartość magnezu w próbkach węglanu wapnia, utrzymywanych przez strącenie węglanem amonu przy pH = 8,5. Stosunkowo najczystsze próbki otrzymano przeprowadzając strącanie w naczyniach polietylenowych i kwarcowych.
 7. Nie można stwierdzić wpływu materiałów naczyń na zawartość magnezu w przypadku strącania szczawianu wapniowego z roztworów soli wapniowych o niskiej zawartości magnezu.
 8. Dwukrotne powtórzenie strącania szczawianu wapniowego kwasem szczawiovym z roztworów soli wapniowych nie daje dodatkowych efektów oczyszczenia soli wapnia od magnezu.

9. Strącanie szczawianu wapniowego kwasem szczawiovym przy pH \approx 0,5 pozwala na usunięcie magnezu z soli wapnia i otrzymanie węglanu wapnia o zawartości $< 1 \cdot 10^{-4}\%$ Mg.

LITERATURA

- [1] Blasdale W.C.: J. Am. Chem. Soc. 31, 917-22.
[2] Winkler L.W.: Z. Angew. Chem. 31, I, 214-6 (1918).
[3] Jakób W.F.: Roczniki Chemii 3, 308-25 (1923).
[4] Noll H.: Chem.-Ztg. 49, 1071-2 (1925).
[5] Fischer W.M.: Z. anorg. allgem. Chem. 153, 62-76 (1926).
[6] Pcpoff S., Waldbauer Louis, McCann D.C.: Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 4, 43-6 (1932).
[7] Szwedow W.P.: Żurn. Anal. Chimmii 3, 147/52 (1948).
[8] Peltier S., Duval C.: Anal. Chim. Acta 1, 408-16 (1947).
[9] Tucker B.B., Kurtz L.T.: Soil. Sci. Soc. Am. Proc. 25, 27-9 (1961).
[10] Takamota Sususmu: Nippon Kagaku Zasshi 81, 1539-42 (1960).
[11] Kurokawa Kazuo: Bunseki Kagaku 14. (4) 359-60 (1965).
[12] Rodt V., Kindscher E.: Chem.-Ztg. 48, 953-4 (1924).
[13] Caley R. Earle: Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 10, 254-9 (1938).
[14] Singh K.R.Kar, Gurbir: Microchim. Acta 1969 (2) 388-2.
[15] Brummer: Helvetia Chim. Acta 2, 277-9 (1919).
[16] Greear J.A., Wright F.E.: Anal. Chem. 21, 596-7 (1949).
[17] Tarkowskaja J.A., Gorbenko F.P.: Żurn. Analit. Chimmii 20 (11), 1185-90 (1965).
[18] Dębska-Horecka A., Pukas T., Stroński I.: J. Radioanal. Chem. 13, 21-30 (1973).
[19] Katakousinos D.: Praktika (Akad. Athenon) 4, 400-4 (1929).
[20] Gordon L.: Anal. Chem. 24, 896-7 (1952).
[21] Akiyama Tomoyuki, Fujiwar Mitsuo: Kyoto Yakka Daigaku Gakuho 5, 45-7 (1957).
[22] Wiley R.C.: Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 3, 1279 (1931).
[23] Akiyama Tomoyuki, Fujii Kenjiro, Fujiwar Mitsuo: J. Pharm. Soc. Jap. 75, 563-6 (1957).
[24] Richards i współpr.: Z. anorg. Chem. 28, 71-89 (1900).
[25] Dworzak R., Reich-Rohrwig W.: Z. anal. Chem. 86, 98-113 (1931).
[26] Poddar S.N., Sengupta N.R.: Indian, J. Chem. 1 (11), 495-6 (1963).
[27] Angelow I.I., Szwarc M.M., Piewcow G.A.: Trudy Wsies. naucz. issled. Inst. Chim. Reaktiwow 23, 31 (1959).

ИССЛЕДОВАНИЕ УДАЛЕНИЯ МАГНИЯ ИЗ СОЛЕЙ КАЛЬЦИЯ
ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ОСАЖДЕНИЯ

Р е з ю м е

Исследована возможность применения некоторых методов осаждения для удаления магния из солей кальция. Определено влияние pH на количество магния соосаждающегося с осадками карбоната и оксалата кальция, а также способ соосаждения магния во время фракционного осаждения CaCO_3 и CaC_2O_4 . Некоторые опыты проведено техникой осаждения из гомогенных растворов (методы с применением диэтилоксалата и мочевины). Исследовано влияние материалов сосудов на чистоту полученных солей кальция. Количество магния определяли спектрографическим методом для концентрации $1 \cdot 10^{-2}\%$ - $1 \cdot 10^{-4}\%$. Для концентраций менее $1 \cdot 10^{-4}\%$ были сравнены почернения его аналитических линий.

INVESTIGATIONS OF THE REMOVAL OF MAGNESIUM FROM CALCIUM SALTS.
USE OF PRECIPITATION METHODS

S u m m a r y

Possibility of use of some of the precipitation methods for removal of magnesium from calcium salts has been investigated. There has been determined the effect of pH on the quantity of magnesium coprecipitated with calcium oxalate and calcium carbonate, as well as the manner of coprecipitation of magnesium during the fractional precipitation of CaCO_3 and CaC_2O_4 . The part of the investigations has been made with the aid of the technique of precipitation from homogenous solution (urea method and diethyloxalate method). There has been investigated the effect of the vessels materials on the purity of prepared calcium salts. Magnesium content was determined spectrographically in the range $1 \cdot 10^{-2}\%$ - $1 \cdot 10^{-4}\%$. For magnesium content lower than $1 \cdot 10^{-4}\%$ comparison of blackening of the photographic emulsion (scale P) has been used.