

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



Научный совет по аналитическим
методам

Химические методы

Инструкция № 165-Х

АЛЮМИНИЙ

Москва
1979

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 № 165-Х

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ
С КСИЛЕНОВЫМ ОРАНЖЕВЫМ В НЕКОТОРЫХ
СИЛИКАТНЫХ ГОРНЫХ ПОРОДАХ И ЖЕЛЕЗНЫХ
РУДАХ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)

Москва , 1979

В соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. инструкция № I65-X рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 3I от I.II.78 г.)

Председатель НСАМ

Г.В.Остроумов

Зам.председателя секции

химических методов

Л.Н.Любимова

Ученый секретарь

Р.С.Фридман

Инструкция № 165-Х рассмотрена в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 31 от 1.II.78 г.) и утверждена ВИСом с введением в действие с 1 июля 1979 г.

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ С КСИЕНОЛОВЫМ
ОРАНЖЕВЫМ В НЕКОТОРЫХ СИЛИКАТНЫХ ГОРНЫХ ПОРОДАХ И
ЖЕЛЕЗНЫХ РУДАХ^{х)}**

Сущность метода

Методика фотометрического определения алюминия, разработанная Н.А.Степановой и Т.А.Буткиной, основана на способности алюминия образовывать с ксиеноловым оранжевым в интервале pH 2,5-5 комплексы состава 1:1 и 1:2, интенсивность окраски которых меняется от бледно-оранжевого до ярко-красного в зависимости от содержания алюминия^{1,4,7,8}. Наибольшей интенсивности окраска достигает при pH ~ 3,5.

Максимум светопоглощения раствора комплекса 1:1 находится в области 550-555 нм, комплекса 1:2 - в области 480-505 нм^{1,4,7,8}, однако чаще оптическую плотность измеряют в изобестической точке при 535-536 нм^{3,4,7}, в которой спектры поглощения комплексов пересекаются⁵.

Молярный коэффициент погашения равен 21000. Прямолинейная зависимость между оптической плотностью и концентрацией раствора комплекса сохраняется в интервале содержаний алюминия 10-100 мкг в 50 мл раствора. Определяемый минимум составляет 5 мкг алюминия в 50 мл раствора^{3,7}.

Величина оптической плотности отчасти зависит от температуры в помещении лаборатории. Поэтому в летнее время, особенно при определении содержаний алюминия порядка долей процента, необходимо чаще проверять, а иногда и заново строить график (напр., при колебаниях температуры от 20 до 30-33°C).

х) Внесена в НСАМ химико-аналитической лабораторией ВИСа.

Быстрое и полное развитие окраски достигается лишь при нагревании растворов (2-3 мин) в кипящей воде, после чего принудительно охлаждать растворы недопустимо, так как при этом реакция задерживается на промежуточной стадии, что ведет к невоспроизводимому завышению результатов³.

Определению алюминия с ксиленоловым оранжевым мешают железо III, титан IV, никель, кобальт, цинк, хром III, молибден VI, вольфрам VI, магний, медь, кальций, марганец II, кремний, фториды и сульфаты.

При фотометрировании 10 мкг железа III, 20 мкг титана, магния, кобальта, никеля, меди, молибдена или хрома, 100 мкг кальция или цинка могут быть приняты за 2-4 мкг алюминия, то-есть, эти элементы завышают результаты определения.

Марганец II и вольфрам VI несколько снижают оптическую плотность: присутствие 100 мкг каждого из них может уменьшить результаты определения алюминия на 2-3 мкг.

Кремний вызывает систематическую ошибку, величина которой зависит от его содержания. Поэтому алюминий определяют в растворах, не содержащих кремнекислоту^{x)}.

Определению алюминия мешают даже следы фтор-иона (окраска не развивается); сульфаты сильно снижают оптическую плотность. Поэтому фториды и сульфаты должны отсутствовать.

Кремнекислоту отгоняют при разложении пробы, затем удаляют фториды. Сульфаты удаляют дымлением или в ходе анализа осаждают полуторные окислы. Это позволяет также отделить кальций и магний.

Железо III восстанавливают тиогликолевой кислотой при pH ~ 2,8 при Fe II. Влияние же Fe II и других перечисленных выше металлов подавляют введением трилона Б.

Фотометрирование растворов при менее благоприятном pH (по сравнению с pH = 3,5) не понижает чувствительности, так как оптическая плотность растворов комплекса с ксиленоловым оранжевым в присутствии тиогликолевой кислоты возрастает. Но ввиду того, что оптическая плотность уменьшается при вве-

x) Определять алюминий с ксиленоловым оранжевым в присутствии кремния (до 2 мг в фотометрируемой аликвотной части раствора) можно при соблюдении необходимого условия - введении кремнекислоты в растворы шкалы при построении графика.

дении трилона Б, необходимо строить калибровочный график строго в тех же условиях. Прямолинейная зависимость между оптической плотностью и концентрацией раствора не нарушается.

При введении тиогликолевой кислоты и трилона Б допустимо присутствие в фотометрируемом растворе 2,5 мг железа, по 100 мкг цинка, молибдена, вольфрама, по 50 мкг титана, никеля, меди, хрома, марганца (в пересчете на металл). При анализе силикатных пород и железных руд существенно только ограничение по титану, так как остальные элементы присутствуют в анализируемом материале, как правило, в количествах, значительно меньших, чем допускается ограничениями метода.

Методика предназначена для определения Al_2O_3 при содержании ее от 0,01 до 3,0%^{х)} в материалах, содержащих ~35% Fe_2O_3 и ~0,85% TiO_2 , при навеске 0,1 г, разведении 100 мл и объеме аликвотной части раствора 10 мл. При содержании Fe_2O_3 до 70% и TiO_2 до 1,7 % следует вдвое увеличить разбавление или уменьшить вдвое объем аликвотной части раствора.

Методика может быть использована также для определения низких содержаний алюминия в ходе полного анализа силикатных горных пород после выделения гидроксидов трехвалентных металлов и титана уротропином и их растворения.⁵

В табл. I даны допустимые расхождения между повторными определениями Al_2O_3 ².

Таблица I

Допустимые расхождения ²			
Содержание Al_2O_3 , %		Допустимые расхождения,	отн. % (Доп.)
2 - 4,99			22
1 - 1,99			30
0,5 - 0,99			42
0,2 - 0,499			55
0,1 - 0,199			70
0,05 - 0,099			80
0,02 - 0,049			83
0,01 - 0,019			83

х) Можно определить 0,005% Al_2O_3 при условии применения очищенных реактивов.

В табл. 2 приведены расхождения между повторными определениями по данным авторов инструкции.

Таблица 2
Расхождения между повторными определениями
по данным авторов

Содержание Al_2O_3 , %	Фактические расхождения отн. % (Д.эксп.)	Запас точности (Д.доп./Д.эксп.)
2 - 4,99	5,65	3,9
I - I,99	5,00	6,0
0,5 - 0,99	7,00	6,0
0,05 - 0,099	6,4	12,5
0,002 - 0,0049	29,7	2,8

Реактивы и материалы

1. Кислота азотная х.ч. d_x I,40.
2. Кислота серная х.ч. d I,84, разбавленная I:I.
3. Кислота соляная ос.ч. d I,19, разбавленная xx) I:I, I:6 и I:9; I н. раствор (83,5 мл разбавленной I:I кислоты помещают в мерную колбу на 500 мл и доливают до метки водой); 2 н. раствор (83,5 мл кислоты d I,19 помещают в мерную колбу на 500 мл и доливают до метки водой).
4. Кислота фтористоводородная, 40%-ная, х.ч. или ос.ч.
5. Тиогликолевая кислота, 10%-ный раствор. В мерную колбу на 100 мл, в которую предварительно наливают 50 мл дис-

x) d - относительная плотность.

xx) При использовании HCl ос.ч перед разведением необходимо измерить ее относительную плотность, так как процентное содержание в ней HCl колеблется от 35 до 38%, и внести поправку в расчеты.

тиллированной воды, помещают 12 мл 80%-ного продажного препарата х.ч. или импортного (для анализа), перемешивают и нейтрализуют 20%-ным раствором едкого натра до $\text{pH} \sim 2,8$ по универсальной индикаторной бумаге. Остывший раствор доливают до метки водой. При хранении раствор устойчив.

6. Аммиак, 10%-ный раствор.

7. Натр едкий, 20%-ный и 2%-ный растворы. Для приготовления 20%-ного раствора 20 г едкого натра растворяют в 50-70 мл воды, переносят в мерную колбу на 100 мл и по охлаждению доливают до метки водой. Разбавлением 20%-ного раствора готовят 2%-ный раствор.

8. Аммоний хлористый х.ч., 2%-ный раствор.

9. Калий пироксернокислый (пиросульфат калия) $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$. Навеску кислого сернокислого калия (KHSO_4) плавят в платиновой или кварцевой чашке до тех пор, пока испарится вся вода (прекращается вспенивание) и начнут выделяться белые пары SO_3 , дают остыть и разбивают на небольшие кусочки, которые хранят в склянке с притертой пробкой.

10. Натрий уксуснокислый, 2 н. раствор. Навеску 136 г $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ растворяют при слабом нагревании в 400 мл воды. Если необходимо, фильтруют. Остывший раствор переносят в мерную колбу на 500 мл и доливают водой до метки. Раствор должен быть бесцветным.

11. Ксиленоловый оранжевый (индикатор), $1 \cdot 10^{-3}$ М раствор. Навеску реагента 0,67 г растворяют в 100 мл воды и добавляют одну каплю соляной кислоты $d 1,19$; полученный $1 \cdot 10^{-2}$ М раствор разбавляют в 10 раз.

12. Трилон Б, 0,1 М раствор. Навеску 37,28 г диматриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты растворяют в 200 мл воды в мерной колбе на 1 л и доливают до метки водой.

13. Уротропин (гексаметилентетрамин), 25%-ный и 0,5%-ный растворы.

14. Буферный раствор с $\text{pH} = 2,8$. В мерную колбу на 1 л помещают 100 мл 2 н. раствора уксуснокислого натрия и 100 мл 2 н. раствора соляной кислоты и доливают до метки водой. Величину pH проверяют на pH -метре и в случае необходимости корректируют, добавляя по каплям соляную кислоту 1:1 или 20%-ный раствор едкого натра.

15. Раствор железа. Навеску 9,7 г $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ помещают в мерную колбу на 1 л, растворяют в воде, добавляют 165 мл соляной кислоты 1:1 и доливают водой до метки. В 1 мл раствора содержится 2 мг Fe (металл).

16. Стандартные растворы алюминия^{х)}.

Раствор А.

Из хлористого алюминия. Навеску 4,89 г AlCl_3 х.ч. помещают в мерную колбу на 1 л, растворяют в воде, добавляют 160 мл HCl 1:1, доливают до метки водой и перемешивают (содержание алюминия проверяют гравиметрически).

Из металлического алюминия. Навеску 1 г металлического алюминия высокой степени очистки растворяют в 165 мл соляной кислоты 1:1, переносят в мерную колбу на 1 л, доливают водой до метки и перемешивают.

В 1 мл раствора А содержится 1 мг алюминия.

Раствор Б. 10 мл раствора А помещают в мерную колбу на 100 мл и доливают до метки 1 н. раствором соляной кислоты.

В 1 мл раствора Б содержится 100 мкг алюминия.

Раствор В. 10 мл раствора Б помещают в мерную колбу на 100 мл и доливают до метки 1 н. раствором соляной кислоты.

В 1 мл раствора В содержится 10 мкг алюминия.

17. Бумага индикаторная конго.

18. Бумага индикаторная Phap. Интервал pH ~1,9 - 3,4.

19. Индикатор Δ - динитрофенол, насыщенный водный раствор. Перед употреблением фильтруют через бумажный фильтр.

Ход анализа

1. Разложение пробы.

А. Кислотное разложение.

Навеску силикатной породы от 0,1 до 1 г (в зависимости от предполагаемого содержания алюминия) помещают в платиновую чашку, смачивают водой, добавляют 5-10 мл серной кислоты 1:1 и 10-30 мл фтористоводородной кислоты, нагревают до появления паров SO_3 , дают остыть, добавляют новую порцию фтористоводородной кислоты и снова нагревают до выделения паров. Обрабатывают несколько раз водой для удаления фтор-иона, доводя каждый раз до дымления, затем упаривают досуха.

х) Стандартные растворы А, Б и В однонормальны по HCl .

не допуская сильного перекаливания. Остаток солей растворяют в 16,5 мл соляной кислоты 1:1^{х)}, переносят раствор в мерную колбу на 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают (полученный раствор однонормален по соляной кислоте).

Б. Кислотное разложение с последующим сплавлением остатка с пиросульфатом калия^{хх)}

Если проба не вскрывается полностью при кислотном разложении, остаток после обработки пробы серной и фтористоводородной кислотами сплавляют на паяльной горелке с пиросульфатом калия. Сплав выщелачивают горячей водой, раствор переносят в стакан емкостью 300 мл, добавляют 25 мл соляной кислоты 1:1 и нагревают до растворения солей.

2. Осаждение полуторных окислов

При определении алюминия из отдельной навески к раствору, полученному после сплавления остатка с пиросульфатом калия и находящемуся в стакане емкостью 300 мл, приливают воду до объема 150-200 мл, нагревают почти до кипения и осаждают полуторные окислы 10%-ным раствором аммиака, добавляя его до появления слабого запаха. Стакан выдерживают на водяной бане до полной коагуляции осадка. Горячий раствор фильтруют через фильтр с красной или белой лентой, промывают на фильтре 10-12 раз горячим 2%-ным раствором хлорида аммония, в который добавлен аммиак до запаха. Промытый осадок растворяют на фильтре 16,5 мл^{ххх)} соляной кислоты 1:1, промывают фильтр несколько раз небольшими порциями горячей воды и переносят в мерную колбу на 100 мл. Остывший раствор доливают водой до метки и тщательно перемешивают (полученный раствор однонормален по соляной кислоте).

При определении алюминия в ходе полного силикатного анализа полуторные окислы осаждают уротропином^{б)}. К фильтра-

х) Соляную кислоту отмеряют бюреткой или градуированной пипеткой. При повышенном содержании кальция, магния и щелочей остаток растворяют в произвольном количестве соляной кислоты и осаждают полуторные окислы.

хх) Трудно вскрываемые силикаты можно сплавливать с бифторидом калия.

ххх) Соляную кислоту отмеряют бюреткой или градуированной пипеткой.

ту, полученному после отделения кремнекислоты⁶, для окисления железа II до железа III добавляют I мл азотной кислоты d 1,40 и кипятят 3-5 минут. Остывший раствор нейтрализуют аммиаком I:I до побурения индикаторной бумаги конго и появления легкой мути, которую растворяют несколькими каплями соляной кислоты I:I. Осаждают гидроокиси, прибавляя 15 мл 25%-ного раствора уротропина и нагревая до начала кипения (кипания следует избегать). Раствор оставляют на 15-20 мин. на теплой плитке или на водяной бане для коагуляции осадка (в холостом опыте раствор нейтрализуют аммиаком до побурения бумаги конго, pH = 2-3 и добавляют 15 мл 25%-ного раствора уротропина). Выпавший осадок гидроокисей отфильтровывают (фильтр с красной лентой Ø 11-12,5 см), промывают 6-8 раз теплым 0,5%-ным раствором уротропина и смывают с фильтра водой в стакан, в котором велось осаждение. Частицы осадка, оставшиеся на фильтре, растворяют, промывая фильтр 3-4 раза горячей соляной кислотой I:6. Добавляют 30-40 мл соляной кислоты I:I, нагревают до растворения осадка, количественно переносят раствор в мерную колбу на 250 мл, доливают до метки водой и перемешивают (полученный раствор приблизительно одонормален по соляной кислоте).

3. Фотометрическое определение

От раствора, полученного после кислотного разложения пробы или после осаждения полутонных окислов, одонормального по соляной кислоте и находящегося в мерной колбе на 100 или на 250 мл, отбирают в мерную колбу на 50 мл аликвотную часть от I до 10 мл. Если отобрано менее 10 мл, доливают до этого объема I н. раствором соляной кислоты.

Затем устанавливают величину pH раствора следующим образом: добавляют по каплям 20%-ный раствор едкого натра до заметного начала осаждения гидроокисей, которые тотчас же растворяют 1-2 каплями соляной кислоты I:I, и корректируют pH, добавляя 2%-ный раствор едкого натра до слабого помутнения и соляную кислоту I:9 до pH ~3 (внешний контроль по индикаторной бумаге Ph_{ан}). По достижении pH ~3 приливают три капли кислоты I:9 (избыток).

В растворы холостых опытов^{х)} добавляют 2-3 капли Δ - динитрофенола и также сначала грубо, а потом тонко нейтрализуют раствор до появления желтого окрашивания (едкий натр) и его устранения (соляная кислота), приливая избыток три капли кислоты 1:9 после исчезновения желтой окраски.

Ко всем растворам добавляют по 5 мл 10^{-3} М раствора ксиленолового оранжевого, по 20 мл ацетатного буферного раствора с $\text{pH} \sim 2,8$ и перемешивают круговыми движениями. При добавлении ксиленолового оранжевого все растворы интенсивно окрашиваются в зависимости от содержания железа в темнокоричневый или темнофиолетовый (почти черный) цвет. Колбы помещают в стаканы с кипящей водой на три минуты (песочные часы или секундомер). К горячим растворам добавляют по 2 мл 10%-ного раствора тиогликолевой кислоты, перемешивают круговыми движениями и дают растворам остыть до комнатной температуры (ни в коем случае не охлаждать принудительно). При введении тиогликолевой кислоты цвет анализируемых растворов почти сразу же меняется до темнокрасного, слегка коричневого или оранжевого в зависимости от содержания алюминия и примесей. В остывший до комнатной температуры раствор приливают 0,5 мл 0,1 М раствора трилона, тщательно перемешивают и оставляют на один час при комнатной температуре для связывания элементов-примесей. Затем доливают до метки ацетатным буферным раствором, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоколориметре ФЭК-Н-54 со светофильтром № 5 или на любом другом приборе в области длин волн 535-540 нм в кюветах с толщиной слоя 10 мм или 30 мм в зависимости от интенсивности окраски раствора.

Содержание алюминия определяют по графику, построенному в пределах содержаний алюминия от 10 до 100 мкг в 50 мл раствора (кювета с толщиной фотометрируемого слоя 10 мм) или от 5 до 40 мкг в том же объеме (кювета с толщиной фотометрируемого слоя 30 мм).

х) По ходу анализа ведут не менее двух холостых опытов.

4. Построение графика

В мерные колбы на 50 мл вводят 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10 мл раствора В, содержащего 10 мкг алюминия в 1 мл и однонормального по соляной кислоте (0; 5; 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; 80; 90; 100 мкг алюминия). Добавляют по 1 мл раствора железа, содержащего 2 мг Fe и однонормального по соляной кислоте. Во всех колбах выравнивают объем до 10 мл, добавляя 1 н. раствор соляной кислоты, устанавливают $\text{pH} \sim 3$ как в ходе анализа пробы, вводят по 5 мл 10^{-3}M раствора ксиленолового оранжевого, по 20 мл ацетатного буферного раствора с $\text{pH} \sim 2,8$ и нагревают в течение трех минут в стакане с кипящей водой. После добавления ксиленолового оранжевого все растворы за исключением нулевого окрашиваются в интенсивный темнофиолетовый цвет. В горячие растворы тотчас же добавляют по 2 мл 10%-ного раствора тиогликолевой кислоты, дают растворам остыть до комнатной температуры и приливают по 0,5 мл 0,1 М раствора трилона (растворы сразу же перемешивают по мере приливания). Через час доливают до метки буферной смесью, перемешивают и фотометрируют по отношению к нулевому раствору. Зависимость оптической плотности от концентрации выражается прямой линией. Строят два графика: для содержания алюминия 10–100 мкг в 50 мл, используя квету с толщиной слоя 10 мм, и для содержания алюминия 5–40 мкг в 50 мл, используя квету с толщиной слоя 30 мм.

5. Вычисление результатов анализа

Содержание Al_2O_3 вычисляют по формуле:

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{A \cdot V \cdot 1,9}{H \cdot V_1 \cdot 10^6} \cdot 100, \text{ где}$$

A – количество алюминия, найденное по калибровочному графику, мкг;

V – объем анализируемого раствора, мл;

V_1 – объем аликвотной части анализируемого раствора, взятой для определения, мл;

H – навеска, г;

1,9 – фактор пересчета металлического алюминия на Al_2O_3 .

Литература

1. Артемьева В.Я. Зав.лаб. XXXIII, 4, 426-427, 1967.
2. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ. М., ВИМС, 1975.
3. Степанова Н.А., Буткина Т.А., Воскресенская В.С. Прямое фотометрическое определение алюминия с ксиленоловым оранжевым в продуктах технологической переработки бериллиевых концентратов. В сб. "Методические материалы для лабораторий геологических организаций". Вып. I, стр. 64-75, М., 1971.
4. Тихонов В.Н. Ж. ан. химии XX, 9, 941-946, 1965.
5. Тихонов В.Н., Петрова Л.Ф. Ж. ан. химии, XXVIII, 1413-15, 1973.
6. Унифицированные методы анализа силикатных горных пород с применением комплексометрии. Инструкция НСАМ № I63-X, ВИМС, М., 1979.
7. Dvořák J., Nyvltová E. Microchim. acta N 6, 1082-93, 1966.
8. Pritchard D.T. Analyst, 92, N 1051, 103-106, 1967.

Изъятые из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52-X	№ I03-X
№ 53-X	
№ 92-X	№ II3-X
№ 90-X	№ II5-X
№ 9-ЯФ	№ II6-ЯФ
№ I3-X	№ II9-X
№ I07-C	№ I4I-C
№ 8-C	№ I50-C
№ 95-ЯФ	№ I58-ЯФ
№ 69-X	№ I63-X

Заказ № I06. Л-100737. 26/VI-79 г.
 Объем 0,7 уч.-изд.л. Тираж 1000.
 Ротапринт ОЭП ВИМСа

ВЫСТУПАЮ
Научным советом по
аналитическим методам
Г.А.Б.1974г.

"УЧЕБНИК"
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

Кате- гория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Коэффициент к допустимому среднеквадратич- ному отклоне- нию
I	Особо точный анализ	Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения, регламентируемого инструкцией внутрилабораторного контроля (см. Приложение)	0,33
	II Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	1
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 1,50\%$	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 1,50\%$	
		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	1
III	Анализ рядовых проб	Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	1
	IV Анализ технологических продуктов	Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	1-2
V	Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
VI	Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
VII	Полуквантитативный анализ		Воспроизводи- мость определе- ния 4-10 п/пр (интервалов) на один пори- док содержания с доверительной вероятностью 68%
VIII	Качественный анализ		Точность опре- деления не нормируется

х) См. Методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", М. ВНИИ, 1975 г.