

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 определяется 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 Мингэо СССР № 496 от  
29.Х.76 г. инструкция № I65-Х рассмотрена и рекомендована  
Научным советом по аналитическим методам к применению для  
анализа рядовых проб - Ш категория.

(Протокол № 31 от 1.П.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 Мингеса СССР № 496 от 29.Х.76 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 31 от 1.П.78 г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 июля 1979 г.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ С КСИЛЕНОЛОВЫМ ОРАНЖЕВЫМ В НЕКОТОРЫХ СИЛИКАТНЫХ ГОРНЫХ ПОРОДАХ И ЖЕЛЕЗНЫХ РУДАХ<sup>х)</sup>

Сущность метода

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

Максимум светопоглощения раствора комплекса I:I находится в области 550-555 нм, комплекса I:2 - в области 480-505 нм<sup>1,4,7,8</sup>, однако чаще оптическую плотность измеряют в изобестической точке при 535-536 нм<sup>3,4,7</sup>, в которой спектры поглощения комплексов пересекаются<sup>5</sup>.

Молярный коэффициент поглощения 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<sup>3,7</sup>.

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°С).

х) Внесена в НСАМ химико-аналитической лабораторией ВИМСа.

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 результатов<sup>3</sup>.

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<sup>x</sup>.

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-

<sup>x</sup>) 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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  при содержании ее от 0,01 до 3,0%<sup>x)</sup> в материалах, содержащих ~ 35%  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и ~ 0,85%  $\text{TiO}_2$ , при навеске 0,1 г, разведении 100 мл и объеме аликовотной части раствора 10 мл. При содержании  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  до 70% и  $\text{TiO}_2$  до 1,7% следует вдвое увеличить разбавление или уменьшить вдвое объем аликовотной части раствора.

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

В табл. I даны допустимые расхождения между повторными определениями  $\text{Al}_2\text{O}_3^2$ .

Таблица I

Содержание $\text{Al}_2\text{O}_3$ , %	Допустимые расхождения <sup>2</sup> 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

x) Можно определить 0,005%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  при условии применения очищенных реагентов.

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

Таблица 2  
Расхождения между повторными определениями  
по данным авторов

Содержание Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , %	Фактические расхождения стн. % (Δ <sub>эксп.</sub> )	Запас точности (Δ <sub>доп.</sub> /Δ <sub>эксп.</sub> )
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.  $d_{40}^{x})$  I,40.

2. Кислота серная х.ч.  $d_{1,84}$ , разбавленная I:I.

3. Кислота соляная ос.ч.  $d_{1,19}$ , 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  $d_{1,19}$  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 охлаждении доливают до метки водой. Разбавлением 20%-ного раствора готовят 2%-ный раствор.

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

9. Калий пиросернокислый (пиросульфат калия)  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ . Навеску кислого сернокислого калия ( $\text{KHSO}_4$ ) плавят в платиновой или кварцевой чашке до тех пор, пока испарится вся вода (прекращается вспенивание) и начнут выделяться белые пары  $\text{SO}_3$ , дают остить 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 двуматриевої соли этилендиаминететрауксусной кислоты растворяют в 200 мл воды в мерной колбе на 1 л и доливают до метки водой.

13. Уротропин (гексаметиентетрамин), 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  $\text{pH}$  проверяют на  $\text{pH}$ -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<sup>x)</sup>.

Раствор А.

Из хлористого алюминия. Навеску 4,89 г  $\text{AlCl}_3$  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 Phan. Интервал pH ~1,9 - 3,4.

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

Ход анализа

I. Разложение пробы.

A. 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  $\text{SO}_3$ , дают остить, добавляют новую порцию фтористоводородной кислоты и снова нагревают до выделения паров. Обрабатывают несколько раз водой для удаления фториона, доводя каждый раз до дымления, затем упаривают досуха.

<sup>x)</sup> Стандартные растворы А, Б и В однонормальны по HCl.

не допуская сильного перекаливания. Остаток солей растворяют в 16,5 мл соляной кислоты I:I<sup>xx</sup>), переносят раствор в мерную колбу на 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают (полученный раствор однороден по соляной кислоте).

### Б. Кислотное разложение с последующим сплавлением остатка с пиросульфатом калия<sup>xx</sup>)

Если проба не вскрывается полностью при кислотном разложении, остаток после обработки пробы серной и фтористо-водородной кислотами сплавляют на паяльной горелке с пиросульфатом калия. Сплав выщелачивают горячей водой, раствор переносят в стакан емкостью 300 мл, добавляют 25 мл соляной кислоты I:I 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<sup>xxx</sup>) соляной кислоты I:I, 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 однороден по соляной кислоте).

При определении алюминия в ходе полного силикатного анализа полуторные окислы осаждают уротропином<sup>6</sup>. К фильтра-

<sup>x</sup>) 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.

<sup>xx</sup>) Трудно вскрываемые силикаты можно сплавлять с бифторидом калия.

<sup>xxx</sup>) Соляную кислоту отмеряют бюреткой или градуированной пипеткой.

ту, полученному после отделения кремнекислоты<sup>6</sup>, для окисления железа II до железа III добавляют 1 мл азотной кислоты с. I,40 и кипятят 3-5 минут. Остыший раствор нейтрализуют аммиаком I:I до побурения индикаторной бумаги Конго и появления легкой мутти, которую растворяют несколькими каплями соляной кислоты I:I. Осаждают гидроокиси, прибавляя 15 мл 25%-ного раствора уротропина и нагревая до начала кипения (кипения 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 II-12,5 см), промывают 6-8 раз теплым 0,5%-ным раствором уротропина и смывают с фильтра водой в стакан, в котором ведось 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 однонормален по соляной кислоте).

### 3. Фотометрическое определение

От раствора, полученного после кислотного разложения пробы или после осаждения полуторных окислов, однонормально-го по соляной кислоте и находящегося в мерной колбе на 100 или на 250 мл, отбирают в мерную колбу на 50 мл аликовотную 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 2%-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 в соляную кислоту I:9 до pH~3 (внешний контроль по индикаторной бумаге Phen.). По достижении pH~3 приливают три капли кислоты I:9 (избыток).

В растворы холостых опытов<sup>x)</sup> добавляют 2-3 капли  $\text{L}$ -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 I: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 остить 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 (кувета с толщиной фотометрируемого слоя 10 мм) или от 5 до 40 мкг в том же объеме (кувета с толщиной фотометрируемого слоя 30 мм).

<sup>x)</sup> 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 pH = ~3 как в ходе анализа пробы, вводят по 5 мл  $10^{-3}$  M раствора кисленолового оранжевого, по 20 мл ацетатного буферного раствора с pH = ~2,8 и нагревают в течение трех минут в стакане с кипящей водой. После добавления кисленолового 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 остить до комнатной температуры и приливают по 0,5 мл 0,1 M раствора трилока (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. Струят два графика: для содержания алюминия 10–100 мкг в 50 мл, используя кювету с толщиной слоя 10 мм, и для содержания алюминия 5–40 мкг в 50 мл, используя кювету с толщиной слоя 30 мм.

#### 5. Вычисление результатов анализа

Содержание  $\text{Al}_2\text{O}_3$  вычисляют по формуле:

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

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  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

## 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., Воскесенская 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, XXIII, 1413-15, 1973.
6. Унифицированные методы анализа силикатных горных пород с применением комплексометрии. Инструкция НСАМ № I63-Х, 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-Х	№ 103-Х
№ 53-Х	
№ 92-Х	№ 113-Х
№ 90-Х	№ 115-Х
№ 9-ЯФ	№ 116-ЯФ
№ 13-Х	№ 119-Х
№ 107-С	№ 141-С
№ 8-С	№ 150-С
№ 95-ЯФ	№ 158-ЯФ
№ 69-Х	№ 163-Х

Заказ № 106. Л-100737. 26/УП-79 г.  
Объем 0,7 уч.-изд.л. Тираж 1000.  
Ротапринт ОЭП ВИМСа

МВСМС  
Научным советом по  
аналитическим методам  
1.12.1974г.

Начальник управления научно-исследовательских организаций  
Минтgeo СССР, член коллегии  
25 декабря 1974г. Н.И.ЛАВЕРОВ

**КЛАССИФИКАЦИЯ  
ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ**

Категория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Коэффициент к допустимому среднеквадратичному отклонению
I	Особо точный анализ	Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения, регламентируемое инструкцией внутрьлабораторного контроля (см. Приложение)	0,33
II	Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений  Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 1,5\%$	1
III		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 1,5\%$	1
IV		Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения	0,33
V		Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения	1
VI	Анализ рядовых проб	Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 0,80\%$	1
VII	Анализ технологических продуктов	Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 0,80\%$	1-2
VIII	Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
IX	Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
X	Подукачественный анализ	Воспроизводимость определения $4-10^{\circ}$ шир (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68%	
XI	Качественный анализ	Точность определения не нормируется	

\*) См. Методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", М.ВСМС, 1975г.