

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



Научный совет по аналитическим
методам

Спектральные методы

Инструкция №102-С

ИНДИВИДУАЛЬНЫЕ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ
ЭЛЕМЕНТЫ, ИТРИЙ, ТОРИЙ, СКАНДИЙ

МОСКВА
1970

Выписка из приказа ГГК СССР № 229 от 18 мая 1964 года

7. Министерству геологии и охраны недр Казахской ССР, главным управлением и управлениям геологии и охраны недр при Советах министров союзных республик, научно-исследовательским институтом, 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 ВИАСом.

При отсутствии ГОСТов и методов, утвержденных ВИАСом, разрешить временно применение методик, утвержденных в порядке, предусмотренном приказом от 1 ноября 1964 г. № 998;

в) выделить лиц, ответственных за выполнение лабораториями установленных настоящим приказом требований к применению наиболее прогрессивных методов анализа.

Приложение № 3, § 8. Равнозначение инструций на мостах во избежание возможных искажений результатов только фотографическим или электрографическим путем.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ С С С Р
Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Спектральные методы
Инструкция № 102-С

СПЕКТРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ
РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ, ИТТРИЯ, ТОРИЯ И СКАНДИЯ
В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья.
(ВИМС)

Москва , 1970

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229
от 18 мая 1964г. инструкция № 102-С рассмотрена и рекомендова-
на Научным Советом по аналитическим методам к применению
для анализа рядовых проб - III категория.
(Протокол № 17 от 8.IV.1970г.)

Председатель НСАМ

В.Г.Софьеванов

Председатель секции
спектральных методов

А.К. Рusanов

Ученый секретарь

Р.С. Фридман

Инструкция № 102-С рассмотрена
в соответствии с приказом Государствен-
ного геологического комитета СССР
№ 229 от 18 мая 1964г. Научным Сове-
том по аналитическим методам (proto-
kol № 17 от 8.II.70г.) и утверждена
ВИМСом с введением в действие

...С!..:60?.....

СПЕКТРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ
РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ, ИТРИЯ, ТОРИЯ И СКАНДИЯ
В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ^{x)}

Сущность метода

Разработанная Л.Г. Логиновой и М.М. Малашкиной в спектральной лаборатории ИМГРЭ в 1964-68гг. методика количественного спектрального определения индивидуальных редкоземельных элементов, иттрия, тория и скандия в редкоземельном минеральном сырье на спектрографе ДФС-13 с решеткой 600 штр/мм является усовершенствованным вариантом предложенного А.К. Руслановым, В.М. Алексеевой, Н.В. Ильясовой и В.Г. Хитровым метода количественного определения индивидуальных р.з.э., иттрия и тория в силикатных горных породах на спектрографе ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм⁸.

Методика заключается в испарении анализируемого образца в смеси с буферным порошком из канала угольного электрода в электрической дуге и измерении интенсивности спектральных линий определяемых элементов фотографическим путем.

Буферная смесь, служащая для устранения влияния состава образцов на результаты анализа, состоит из 45% порошка, имитирующего состав силикатной горной породы ("силикатная смесь").

*) Внесена в НСАМ спектральной лабораторией ИМГРЭ, 1968г.

45% угольного порошка и 10% углекислого бария.

"Силикатную смесь" используют также для разбавления образцов, богатых редкими землями, и, кроме того, в качестве основы при изготовлении стандартных образцов. "Силикатная смесь" состоит из 59% кварца, 40% микроклина и 1% окиси железа.

Анализируемые пробы (горные породы; предварительно разбавленные "силикатной смесью" минералы и выделенные суммы окислов р.з.э.) разбавляют буферной смесью в отношении 1:2. При таком разбавлении состав силикатных горных пород, породообразующих и акцессорных минералов в достаточной степени нивелируется по основным компонентам и приближается к составу стандартных порошков.

Барий, вводимый в виде углекислой соли, стабилизирует температуру дуги, уменьшает влияние состава анализируемых проб на результат анализа и повышает его воспроизводимость.

Угольный порошок, препятствуя сплавлению порошков в крупные капли, обеспечивает достаточно равномерное и интенсивное поступление вещества анализируемой пробы в облако электрической дуги.

В качестве внутреннего стандарта используют европий, содержание которого в сумме редких земель в среднем не превышает 0,5%. Поэтому появление линий европия в спектре горных пород, богатых редкими землями, или в спектре предварительно разбавленных редкоземельных минералов наименее вероятно. Европий вводят в буферную смесь в виде окиси (Eu_2O_3) в количестве 0,045%^{x)}.

Барий, рекомендованный ранее в качестве внутреннего стандарта⁸, может быть использован лишь при анализе выделенной суммы окислов р.з.э., так как редкоземельные элементы и барий различно реагируют на изменение температуры облака дуги, вызываемое изменением концентрации щелочных элементов (натрия и калия) в образце, а это может быть причиной возникновения систематических ошибок при анализе горных пород и минералов.

х) В пробах, богатых европием, редкие земли определяют по абсолютной интенсивности спектральных линий с учетом фона.

Источником возбуждения служит дуга переменного тока силой 20 а или дуга постоянного тока силой 18 а.

Ввиду того, что редкоземельные элементы обладают сложными многолинейными спектрами, для анализа используют дифракционный спектрограф ДФС-13 (лучше с решеткой 1200 штр/мм) и устанавливают узкую щель (0,010-0,015 мм).

Каждую анализируемую пробу фотографируют в двух (при решетке 600 штр/мм) или в трех (при решетке 1200 штр/мм) областях спектра, чтобы использовать наиболее чувствительные, свободные от перекрытий линии редкоземельных элементов.

Определение выполняют по методу трех эталонов. Стандартными образцами (эталонами) служат смеси чистых окислов редкоземельных элементов, иттрия, тория и скандия с "силикатной смесью". Можно использовать в качестве основы также искусственную смесь реагентов того же химического состава.

Методика рекомендуется для определения редкоземельных элементов, иттрия, скандия и тория в силикатных горных породах, в породообразующих минералах, а также в собственно редкоземельных минералах за исключением tantalо-титано-ниобатов. Методика рекомендуется также для анализа суммы окислов редкоземельных элементов, выделенных из природных материалов химическим путем.

Методика опробована при анализе силикатных горных пород с повышенным содержанием р.з.э., акцессорных и породообразующих минералов, сухих остатков природных вод и суммы окислов редких земель, химически выделенных из горных пород, руд и минералов.

Прямое спектральное определение всей гаммы редкоземельных элементов, иттрия, тория и скандия в природном материале с повышенным содержанием окисей титана (выше 10%), железа (выше 20%), марганца (выше 3%), ниobia (выше 5%), tantalа (выше 10%), урана (выше 1%), циркония, никеля, кобальта, хрома, тория (выше 10% каждого), кальция (выше 30%) и других элементов вызывает значительные затруднения при использовании решетки 600 штр/мм, так как многие из аналитических линий р.з.э. перекрываются теми или иными линиями перечисленных выше элементов.

Чувствительность определения большей части индивидуальных редкоземельных элементов составляет 10^{-8} - $10^{-2}\%$. Практически, при сумме окислов р.з.э. в пробе 0,01-0,03% такая чувствительность позволяет определять один-три элемента (иттрий, иттербий, лантан). При сумме р.з.э. 1-1,5% определяют всю гамму редкоземельных элементов за исключением европия, который используют в качестве внутреннего стандарта.

Оптимальное суммарное содержание окислов р.з.э. при использовании решетки 600 штр/мм составляет 1,0-3,5%. Поэтому редкоземельные и другие минералы, в которых сумма окислов р.з.э. составляет более 3,5%, а также выделенные суммы окислов р.з.э. анализируют после предварительного разбавления. Степень разбавления пробы зависит от предполагаемого содержания суммы р.з.э. в минерале. Перечень редкоземельных минералов и приблизительные коэффициенты их разбавления, рассчитанные на основании литературных данных⁹, приведены в Приложении I.

Если сумма окислов р.з.э. в минерале составляет меньше 3,5%, то такие минералы большей частью анализируют без разбавления. Перечень этих минералов дан в Приложении 2.

Если требуется полная расшифровка состава редких земель, а суммарное содержание р.з.э. меньше 0,3%, то прибегают к предварительному выделению суммы окислов р.з.э. Для этого может быть применен любой химический метод, обеспечивающий количественное выделение суммы окислов р.з.э. из анализируемого материала^{2, 10}. Описание рекомендуемого химического метода выделения чистой суммы окислов р.з.э., иттрия, скандия и тория приведено в Приложении 3.

В приложении к Инструкции по внутрилабораторному контролю⁸ отсутствуют допустимые расхождения для индивидуальных редкоземельных элементов, а нормируется только их сумма. Поэтому в табл. I приведены расхождения между повторными определениями р.з.э., иттрия и скандия, рассчитанные по результатам, полученным в спектральной лаборатории ИМГРЭ.

Точность определения тория при его содержании 0,01-0,499%

соответствует удвоенным допустимым расхождениям, то есть торий определяют по IУ категории классификации.

Таблица I

Расхождения между повторными определениями р.з.с.о.
иттрия и скандия

Ин- тв	Фиксированные значения ин- тервалов содержаний, %	Расхождения между поворными определениями отн. %
9	I-1,99	36
10	0,5-0,99	39
II	0,2-0,499	42
I2	0,1-0,199	48
I3	0,05-0,099	51
I4	0,02-0,049	55
I5	0,01-0,019	62
I6	0,005-0,0099	66
I7	0,002-0,0049	71
I8	0,001-0,0019	78

Примечание к табл.I

Величины расхождений между параллельными определениями рассчитаны, так же, как и в таблице допустимых расхождений в приложении к Инструкции по внутривнебораторному контролю³, и соответствуют коэффициенту вариации метода для различных элементов от 10 до 25% (в зависимости от концентрации элемента).

Реактивы и материалы

1. Кислота соляная х.ч., разбавленная 1:1
2. Барий углекислый ч.д.а.
3. Окислы иттрия и редкоземельных элементов (лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, голмии, зрбия, тулия, иттербия, лантаноидов).

ция) по РЭТУ № № 1072-1085 или I сорта ^{x)}

4. Окись скандия "ОС-99" ^{x)}

5. Двуокись тория х.ч. ^{x)}

6. Окись железа ч.д.а.

7. Спирт этиловый.

8. Электроды угольные марки "С-1" и угольный порошок марки ос.ч. -4.

9. Кварц. Отбирают чистые кристаллы кварца без видимых включений других минералов. Кристаллы кварца для разрушения нагревают в муфельной печи при 1200⁰С, затем измельчают до пудры. Порошок промывают дважды соляной кислотой I:I, затем декантацией дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу.

10. Микроклин. Отбирают чистые кристаллы микроклина без видимых включений других минералов, разбивают и истирают до пудры.

Содержание примесей в полученных порошках проверяют полуколичественным спектральным анализом. Кварц и микроклин не должны содержать редкоземельных элементов, а содержание таких элементов, как титан, цирконий, ниобий, tantal, никель, кобальт, должно быть минимальным (тысячные доли процента.)

11. Фотопластинки "спектрографические, тип II" чувствительностью 16 или 22 ед. ГОСТа, размером 9 x 24 см.

12. Обычные реактивы и принадлежности для обработки фотопластинок.

13. Буферная смесь. Приготовляют смесь, состоящую из 45% "силикатной смеси", 45% угольного порошка и 10% углекислого бария. В смесь вводят также 0,045% окиси европия (Eu_2O_3) ^{xxx}. Для проверки чистоты смесь испаряют, как описано в разделе "Ход анализа".

^{x)} Чистоту реактивов проверяют полуколичественным спектральным методом.

^{xx)} Концентрацию внутреннего стандарта уточняют в соответствии с чувствительностью используемых фотоматериалов.

^{xxx)} На спектрограмме не должны появляться наиболее чувствительные линии редкоземельных элементов γ γ 328,937 нм, γ γ 324,228 нм и γ γ 433,378 нм.

14. Основа для приготовления стандартных образцов ("Силикатная смесь"). Смесь состоит из 59% порошка кварца, 40% порошка микроклина и 1% окиси железа. Чтобы убедиться в отсутствии редкоземельных элементов, 0,050 г полученной смеси и 0,100 г буферной смеси (не содержащей окиси европия) испаряют, как описано в разделе "Ход анализа".

Если принять, что состав микроклина отвечает теоретическому, то полученная "силикатная смесь" содержит 84,85% SiO_2 , 7,65% Al_2O_3 , 1,1 Fe_2O_3 , 0,16% CaO , 0,06% MgO , 0,63% Na_2O и 5,5% K_2O .

Если не имеется достаточно чистого кварца и микроклина, то можно использовать искусственную смесь химических реактивов приблизительно того же состава:

кислота кремневая^{x)} х.ч. - 85 г;
 окись алюминия ч.д.а. - 7,5 г;
 окись железа ч.д.а. - 1 г;
 калий углекислый ч.д.а. - 9 г.

Смесь сплавляют в муфельной печи при 900–1000°С в течение 2–3 час. Остывший сплав дробят и истирают до –200 меш.

15. Стандартные образцы. Готовят две исходные смеси окислов – А и Б, состав которых представлен в табл. 2 и 3. Все окислы редкоземельных элементов предварительно прокаливают в муфельной печи до постоянного веса в фарфоровых тиглях при 800°С^{xx)}.

Для приготовления 1 г головного стандартного образца серии "А" отвешивают на аналитических весах 0,120 г исходной смеси "А" и 0,880 г основы; для приготовления 1 г головного стандартного образца серии "Б" – 0,109 г исходной смеси "Б" и 0,891 г основы.

Стандартные образцы с меньшим содержанием определяемых элементов готовят последовательным разбавлением головного стандартного образца основой в отношении 1:1. Таким образом готовят всю серию стандартных образцов, состав которых указан в табл. 4.

х) Кремневую кислоту предварительно прокаливают при 900°С 2–3 часа.

xx) Окись лантана прокаливают в платиновой чашке при 600°С.

Пользоваться фарфоровыми тиглями нельзя, так как при этой температуре окись лантана может сплавиться с глазурью фарфорового тигля.

■ I02-C
Таблица 2

Состав исходной смеси "А"

№ пп	Оксид	РЭТУ	Содержание		Содержание окисла в смеси в %
			по РЭТУ, %	веса в смеси, г	
I	La ₂ O ₃	II-I	99,83	0,75	14,0
2	CeO ₂	Iс	-	1,50	28,04
3	Pr ₂ O ₃	II-I	99,50	0,50	9,85
4	Nd ₂ O ₃	II-I	-	0,75	14,0
5	Sm ₂ O ₃	I077-63	99,83	0,50	9,85
6	Gd ₂ O ₃	I079-63	99,93	0,75	14,0
7	Dy ₂ O ₃	I081-63	99,85	0,50	9,85
8	Sc ₂ O ₃	OC- 99	-	0,10	1,88
9	T ₂ O ₃	I072-63	99,95	0,10	1,88

Таблица 3

Состав исходной смеси "Б"

№ пп	Оксид	РЭТУ	Содержание		Содержание окисла в смеси в %
			по РЭТУ, %	веса в смеси, г	
I	La ₂ O ₃	II-I	99,83	0,75	12,5
2	CeO ₂	Iс	-	1,00	16,7
3	Sm ₂ O ₃	I077-63	99,83	0,25	4,17
4	Gd ₂ O ₃	I079-63	99,93	0,75	12,5
5	Tb ₂ O ₃	I080-63	99,43	0,20	3,33
6	Dy ₂ O ₃	I081-63	99,85	0,25	4,17
7	Ho ₂ O ₃	I082-63	99,87	0,20	3,33
8	Er ₂ O ₃	I083-63	99,93	0,25	4,17
9	Tu ₂ O ₃	II-I	-	0,20	3,33
10	Tb ₂ O ₃	I085-63	99,96	0,20	3,33
II	Lu ₂ O ₃	I086-63	99,90	0,20	3,33
12	T ₂ O ₃	I072-63	99,95	0,75	12,5
13	ThO ₂	х.ч.	-	1,00	16,7

x/ Расчет сделан на 5,45 г смеси

xx/ Расчет сделан на 6,00 г смеси.

Таблица 4

Содержание редкоземельных элементов, иттрия, тория и скандия
в стандартных образцах

№ № стан- дартических образцов	Серия "А" (Цериевая группа)					Серия "Б" (Иттриевая группа)					
	Содержание окислов, %					Содержание окислов, %					
	Церий	Гадолиний	Празеодим	Иттрий	Лантан	Иттрий	Церий	Самарий	Лантан	Иттрий	Литтесий
1	3,00	1,50	1,00	0,20	1,50	2,00	0,50	0,40			
2	1,50	0,75	0,50	0,10	0,75	1,00	0,25	0,20			
3	0,75	0,375	0,25	0,050	0,375	0,50	0,125	0,10			
4	0,375	0,188	0,125	0,025	0,188	0,25	0,0625	0,050			
5	0,188	0,094	0,0625	0,0125	0,094	0,125	0,0312	0,025			
6	0,094	0,047	0,0312	0,00625	0,047	0,0625	0,0156	0,0125			
7	0,047	0,0234	0,0156	0,00312	0,0234	0,0312	0,0078	0,00625			
8	0,0234	0,0117	0,0078	0,00156	0,0117	0,0156	0,0039	0,00812			
9	0,0117	0,0059	0,0039	0,00078	0,0059	0,0078	0,00195	0,00156			

Чтобы учесть наложение на аналитические линии полос циана или SiO и линий железа, входящих в "силикатную смесь" и буферный порошок, используют "нулевой" стандартный образец - "силикатную смесь", не содержащую редкоземельных элементов.

Все смеси (исходные смеси окислов, стандартные образцы и т.д.) готовят тщательным истиранием навесок порошков в агатовых ступках с добавлением этилового спирта из расчета 10 мл на 1 г изготавляемой смеси. Смесь смачивают до получения кашицы и затем тщательно истирают до полного испарения спирта. Остатки спирта удаляют высушиванием смеси в сушильном шкафу при 105-110°C.

Каждый стандартный образец смешивают в весовом отношении 1:2 с буферной смесью и тщательно истирают с добавлением спирта.

Аппаратура и оборудование

- I. Спектрограф ДФС-ІЗ с решеткой 600 или 1200 штр/мм.
2. Генератор дуги переменного тока ДГ-2 или ртутный выпрямитель ВАР-14, ВАРС-275 и др.
3. Штатив дуговой вертикальный с осветителем и с электроблокировкой (например, из комплекта "АС").
4. Реостат регулировочный, рассчитанный на силу тока дуги до 25 а.
5. Микрофотометр МФ-2.
6. Спектропроектор ПС-І8 или другой марки.
7. Расчетная доска для перехода от почернений спектральных линий к интенсивностям со шкалой поправок на величину фона.
8. Весы аналитические АДВ-200 или другой марки.
9. Весы торсионные ВТ-500 и ВТ-20.
10. Станок и фрезы для заточки электродов.
- II. Ступки агатовые или яшмовые, диаметром 60 и 100 м.
12. Эксцентриковая шаровая мельница.

Ход анализа.

I. Анализ силикатных горных пород

Навеску 0,030 г анализируемого образца, истертого до пудры (40–50 мкм) смешивают с 0,060 г буферной смеси и тщательно истирают с добавлением спирта.

Полученной смесью наполняют отверстия четырех (при использовании решетки 600 штр./мм) или шести (при использовании решетки 1200 штр./мм) цилиндрических электродов, имеющих следующие размеры:

- | | |
|---------------------------|-----------|
| 1. Диаметр электрода | - 4 мм; |
| 2. Диаметр канала | - 1,5 мм; |
| 3. Глубина канала | - 8 мм; |
| 4. Длина обточенной части | - 10 мм |

Электрод устанавливают в нижний держатель штатива. Верхним электродом служит угольный стержень диаметром 6 мм, заточенный на усеченный конус высотой 8 мм, с диаметром меньшего основания 0,5 мм. Электроды выводят с помощью подсветки на оптическую ось на расстоянии 3 мм друг от друга.

При использовании дуги постоянного тока нижний электрод служит анодом. Дуговой разряд зажигают сведением электродов при силе тока 8–10 а; при этом затвор щели должен быть за-крыты. Затем электроды разводят на расстояние 3 мм, силу тока повышают до 16–18 а, и начинают экспонирование спектра.

Проба полностью испаряется приблизительно за 2,5 минуты. Дуговой промежуток 3 мм во время экспозиции поддерживают постоянным.

При использовании дуги переменного тока соединяют электроды и включают генератор ДГ-2, соблюдая те же условия. В течение 5 сек. силу тока поддерживают равной 10 а, затем электроды разводят на расстояние 3 мм, а силу тока одновременно повышают до 20 а. После полного выгорания пробы, на что требуется 3,5–4 минуты, генератор немедленно выключают, так как в противном случае сильно возрастает интенсивность полос циана в области 420–470 нм, что затрудняет анализ. Дуговой промежуток 3 мм во время экспозиции поддерживают постоянным.

Каждый стандартный и анализируемый образец фотографируют дважды на двух фотопластинках, которые проявляют одновременно. Спектрограммы получают при следующих условиях:

1. Спектрограф ДФС-13 с решеткой 600 штр/мм (дисперсия 0,4 нм/мм) или 120 штр/мм (дисперсия 0,2 нм/мм).

2. Освещение щели - стандартная трехлинзовая система.

3. Ширина щели - 0,010 мм (для дисперсии 0,4 нм/мм) или 0,015 мм (для дисперсии 0,2 нм/мм).

4. Фотографируемые участки спектра:

при дисперсии 0,4 нм/мм - 250-350 нм и 420-470 нм

при дисперсии 0,2 нм/мм - 250-300 нм, 300-350 нм и 420-470 нм

ПРИМЕЧАНИЕ: Так как в большинстве случаев в природных образцах преобладает цериевый состав редких земель, то сначала определяют элементы этой группы и скандий (стандартные образцы серии "А", видимая область спектра). При этом определяют также иттрий по линии II 439,8 нм. Если его содержание менее 0,02%, то ограничивается определением элементов цериевой группы. Если в образце преобладает иттриевая группа, то сначала определяют элементы этой группы и торий (стандартные образцы серии "Б", ультрафиолетовая область спектра).

5. Высоту отверстия диафрагмы на промежуточном конденсаторе трехлинзовой осветительной системы подбирают заранее в зависимости от чувствительности фотопластинок таким образом, чтобы покрытие фона в области спектра 250 нм было не менее 0,1-0,2, а в области 320-350 нм не более 0,5-0,6.

6. На щель устанавливают 4-5 ступенчатую диафрагму с высотой ступеньки 0,3 - 0,4 мм. После каждого 3-4-х спектров, полученных без передвижения кассеты, рядом с ними фотографируют спектр железа ("встык").

7. Фотопластинки "спектрографические, тип II" проявляют в контрастном проявителе Д-19 (рецепт № 27) следующего состава⁶:

метол - 2,2 г

сульфит натрия безводный - 96 г:

гидрохинон - 8,8 г;

сода безводная - 48г;
 калий бромистый - 5г;
 вода - до 1л.

Проявлять при 20°С около 4 минут.

Кроме спектров образцов, на той же фотопластинке фотографируют спектр железа через 9 ступенчатый кварцевый ослабитель. Для этого в штатив устанавливают два железных стержня диаметром 6 мм и экспонируют спектр железа при силе тока 5 а с такой же экспозицией, что и образцы.

Для уменьшения количества света уменьшают высоту отверстия в диафрагме.

После обработки фотопластинок рассматривают полученные спектрограммы и, руководствуясь табл. 5 и 6, выбирают аналитические линии, учитывая возможные их перекрытия^{x)}.

Фотометрируют выбранные аналитические линии и фон возле них^{xx)}.

Тонкие резкие линии фотометрируют при узкой щели микрофотометра (0,15–0,20 мм). Линии, имеющие тонкую структуру, состоящую из нескольких компонентов, неразрешаемых спектрографом (гольмий, праэодим, тербий, тулий), или имеющие диффузный характер, фотометрируют при более широких щелях прибора (0,25–0,30 мм). Аналитические линии в спектрах стандартных и анализируемых образцов фотометрируют всегда при одной и той же ширине щели микрофотометра.

Если аналитические линии перекрыты полосами циана, фотометрируют также эту полосу на месте линии и фон около нее в спектре "нулевого" эталона.

Для построения характеристической кривой фотопластинки фотометрируют линии железа в разных ступеньках ослабителя. Подробнее это изложено в специальных руководствах, например, в книге В.К. Прокофьева⁷.

Вдоль ступенек ослабителя фотометрируют разные по интен-

^{x)} Для этого можно воспользоваться атласами спектральных линий^{4,5}.

^{xx)} Если покречнение фона различно по обе стороны от аналитической линии, измеряют фон слева и справа от линии и находят среднее значение.

сивности линии железа, почернения которых изменяются от 0,02 до 2,2.

Значения логарифмов пропускаемости ступенек ослабителя указаны в паспорте ослабителя. Градуировку ослабителя следует периодически проверять⁸.

При малых почернениях правильность результатов в значительной степени зависит от тщательности, с которой строится область недодержек характеристической кривой. Поэтому необходимо располагать достаточным количеством марок почернения, значения которых близки к почернениям фона около аналитических линий (фотометрируют несколько линий). При работе с приборами большой дисперсии (0,2-0,4 нм/мм) нельзя строить характеристическую кривую по линиям спектра железа, рекомендованным в качестве марок почернения для дуги постоянного и переменного тока⁷, так как некоторые из них разрешаются на отдельные компоненты. В каждой области спектра (напр., 250 нм - 350 нм и 420 нм - 470 нм) строят по одной характеристической кривой. При этом используют линии железа, длины волн которых наиболее близки к длинам волн большинства аналитических линий определяемых элементов.

По характеристической кривой фотопластинки с помощью расчетной доски переходят от почернений линий к логарифмам их интенсивностей и учитывают фон^{x)}. При этом используют одну линию сравнения для всех аналитических линий определяемых элементов (расположенных на одной фотопластинке), независимо от длины их волн.

Далее находят величину $\lg \frac{I_{\text{ан}}}{I_{\text{ср}}} = \lg I_{\text{ан}} - \lg I_{\text{ср}}$, где $I_{\text{ан}}$ и $I_{\text{ср}}$ - интенсивности линии определяемого элемента и линии сравнения. Значения для параллельных экспозиций усредняют.

x) Если аналитическая линия перекрыта полосой циана или другой полосой, в почернение фона около аналитической линии прибавляют величину $S_{\text{сн}} - S_{\text{ф}}$, где $S_{\text{сн}}$ - почернение полосы в "нулевом" стандартном образце на месте аналитической линии, а $S_{\text{ф}}$ - почернение фона вблизи этой полосы.

С помощью стандартных образцов строят градуировочные графики в координатах ($\lg \frac{Y_{\text{ан}}}{Y_{\text{ср}}} ; \lg C$), где С – содержание определяемых элементов в стандартных образцах. Типичные градуировочные графики представлены на рис. I. Так как анализируемые и стандартные образцы подготавливают к анализу аналогично, то никакие расчеты не нужны, и определяемые концентрации находят непосредственно по градуировочным графикам.

Если содержание определяемых элементов в анализируемых образцах достаточно велико (например, при анализе выделенных сумм окислов р.з.э.), и почернения линий соответствуют области нормальных почернений характеристической кривой фотоплатинки (почернения от 0,5 до 2,0 при почернении фона 0,2–0,3), то градуировочные графики строят в координатах ($\Delta S; \lg C$), где ΔS – разность между почернениями аналитической линии и линии сравнения. Предварительно из почернения аналитических линий и линий сравнения вычитают почернение фона. Типичные градуировочные графики для анализа по разности между почернениями представлены на рис. 2.

II. Анализ редкоземельных и других минералов.

Навеску анализируемого материала 10–20 мг^x) помещают в фарфоровый или платиновый тигель и прокаливают в муфельной печи при 950–1000° С в течение полутора часов. Прокаленную навеску количественно переносят в ступку и тщательно смешивают с таким количеством "силикатной смеси", чтобы в полученной смеси содержалось не более 3 % р.з.э. (при этом руководствуются таблицей Приложения I и 2). Из этой смеси берут навеску 0,030 г и далее поступают, как описано в разделе "Анализ силикатных горных пород". Полученные содержания определяемых элементов умножают на коэффициент предварительного разбавления.

Если нужно определить европий, его вводят в стандартные образцы серии "Б" в такой же концентрации, как и диспрозий,

^x) Навеску берут на торсионных весах ВТ-20 или на полумикровесах.

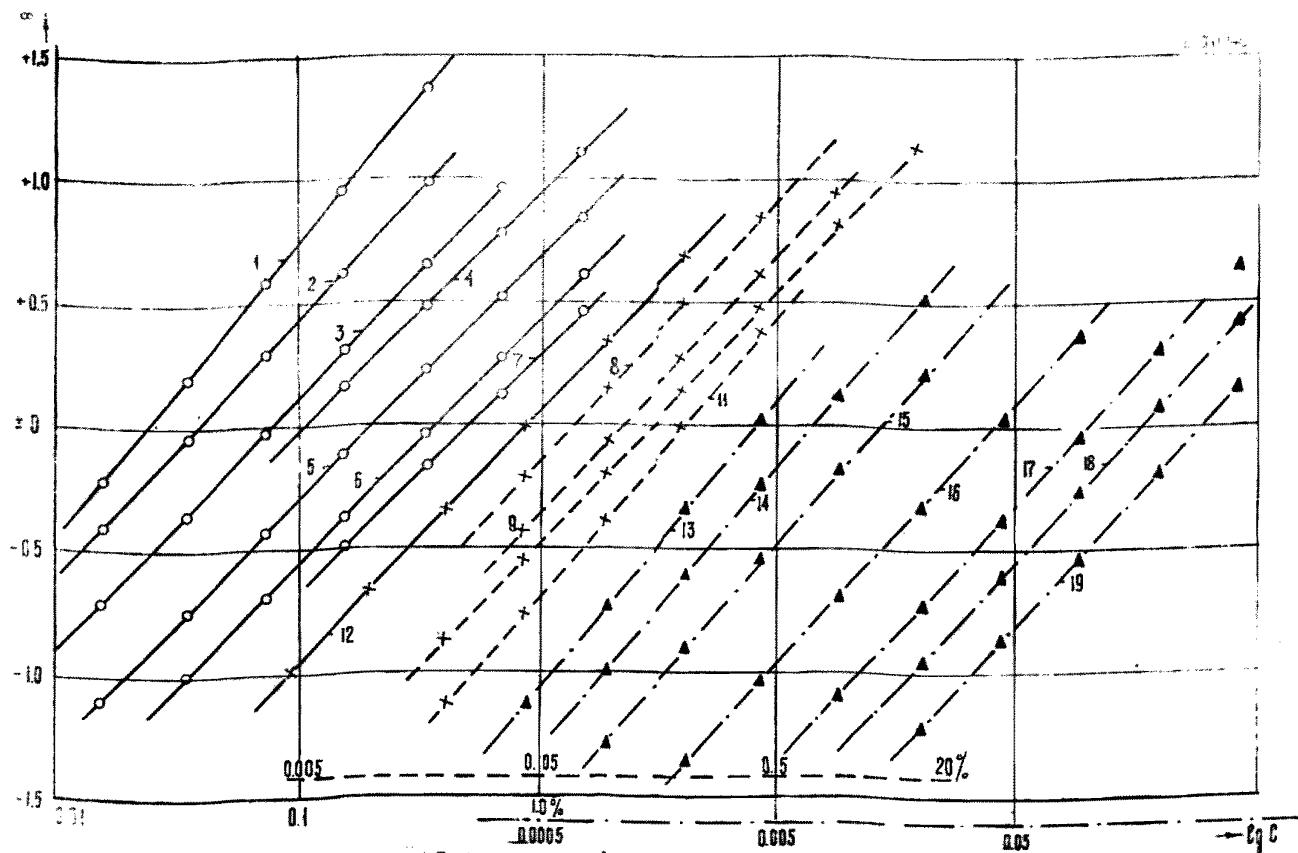


Рис. 1 Градиурографные графики для определения радиоактивных элементов, иттрия, скандия и тория по логарифмам относительной интенсивности спектральных линий.

- 1- Lu^{+3} -430,857 нм/фон; 2- La^{+3} -824,512 нм/ Eu^{+3} -281,995 нм;
- 3- Y^{+3} -820,332 нм/ Eu^{+3} -281,995 нм; 4- Ce^{+3} -320,171 нм/ Lu^{+3} -272,778 нм;
- 5- Eu^{+3} -301,014 нм/ Eu^{+3} -272,778 нм; 6- La^{+3} -426,949 нм/ Eu^{+3} -462,722 нм;
- 7- Sm^{+3} -261,038 нм/ Eu^{+3} -271,70 нм; 8- Sm^{+3} -336,586 нм/фон;
- 9- Dy^{+3} -303,829 нм/ Eu^{+3} -272,778 нм; 10- Tb^{+3} -287,041 нм/ Eu^{+3} -281,995 нм;
- 11- Pr^{+3} -422,298 нм/фон; 12- Eu^{+3} -381,242 нм/ Eu^{+3} -272,778 нм;
- 13- Yb^{+2} -328,937 нм/фон; 14- Sc^{+3} -424,685 нм/ Bi^{+3} -462,722 нм;
- 15- Lu^{+3} -261,542 нм/ Eu^{+3} -272,778 нм; 16- Lu^{+3} -345,60 нм/фон;
- 17- Lu^{+3} -289,138 нм/ Eu^{+3} -281,395 нм; 18- Tb^{+3} -321,995 нм/ Eu^{+3} -281,395 нм;
- 19- Lu^{+3} -286,922 нм/ Eu^{+3} -271,70 нм.

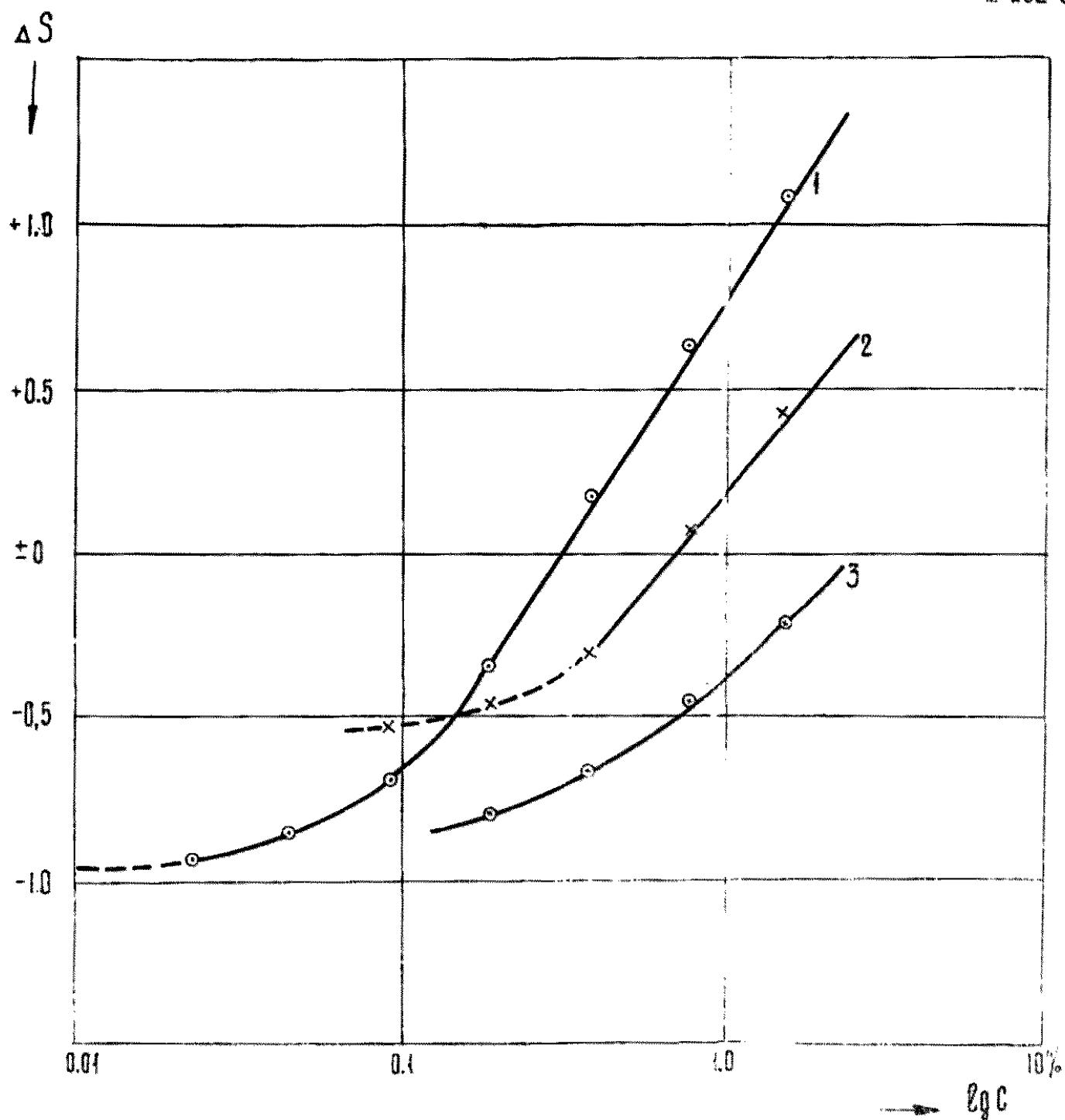


Рис. 2 Градуировочные графики для определения лантана по разности почернений.

$$\begin{aligned} 1- \frac{\Delta \varphi_1}{\varphi_1} &= 324,512 / \frac{\Delta \varphi_1}{\varphi_1} = 231,325 \text{ нм;} \\ 2- \frac{\Delta \varphi_2}{\varphi_2} &= 426,949 / \frac{\Delta \varphi_2}{\varphi_2} = 432,722 \text{ нм;} \\ 3- \frac{\Delta \varphi_3}{\varphi_3} &= 261,083 / \frac{\Delta \varphi_3}{\varphi_3} = 271,76 \text{ нм.} \end{aligned}$$

102-С

с таким расчетом, чтобы в головном стандартном образце содержалось 0,5% Eu₂O₃ (см. табл. 3 и 4). При этом применяют буферную смесь, не содержащую европия; внутренним стандартом служит фон спектра.

III. Анализ выделенной суммы окислов редкоземельных элементов.

Анализ выполняют, как описано в разделе "Анализ редкоземельных и других минералов", но образцы не прокаливают.

Элементом сравнения при определении р.з.э. в выделенной сумме окислов может служить барий, входящий в состав буферной смеси.

Таблица 5

Основные аналитические линии редкоземельных элементов, иттрия и скандия в области спектра 420–470 нм и линии мешающих элементов.

Эле- мент	Аналитиче- ская линия	Интервал определения	Мешающие эле- менты, перекры- вающая линия	Концентра- ция, при которой появляет- ся мешав- шая линия	Приме- чание
I	2	8	4	5	6
Лан- тан	La _{II} ⁹ 438,373	0,015–0,25	Pr 438,391	0,05	мешает от 0,25%
	La _{II} ⁸ 423,838	0,03–0,75	Co 423,844 Dy 423,844 Dy 423,804 Ni 423,804	5,0 7,5 0,1 2,5	
	La _{II} ⁷ 426,949	0,1–1,5	уважая полоса CN W 426,939 Mo 426,928 Dy 426,960 Pr 426,967	I 0,5 5 3	
	La 423,095	0,4–3,0	Ni 423,104 Nd 423,115 Ce 423,117 Ce 423,056 Cr 423,048	3 0,5 >2 >2 0,3	мешает от 1%

№ 102-С

I	!	2	!	3	!	4	!	5	!	6
---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

Церий	Ce ⁷ II	422,260	0,02-3,0	Полоса CN						
		Mo 422,24I			I,0					
		Th 422,250			2,5					
		Cr 422,273			0,5					
		Nb 422,230			0,75					
		Fe 422,222			0,I					
					мешает от 10%					
	Ce 428,87I	0,4-3,0		Rh 428,87I		0,0I				
				Mo 428,8		0,05				
				Cr 428,8		5,0				
				Th 428,87		I,0				
				Ca 428,94		>10				
				Ti 428,8I		5,0				
	Ce 427,0I9	0,2-3,0		Ti 427,0I4		0,05				
						пользоваться только в отсутствии титана.				
				Cr 426,995		2,5				
				V 427,032		0,25				
				Th 427,033		I,0				
	Ce ⁷ II	430,672	0,02-I,5	Th 430,638		I,5				
				Gd 430,635		>I,5				
				Nd 430,674		>I,5				
	Ce ⁶ II	456,236	0,I-3,0	Ti 456,263		5				
				Th 456,250		I0				

Титан	Pz ⁸ geo- дим	422,298	0,03-0,5	Полоса CN						
		Ce 422,288			>10					
		Mo 422,296			3					
		Ce 422,3I5			>10					
		Gd 422,298			>2					
		Th 422,270			2,5					
		Cr 422,273			0,I					
		Nb 422,250			0,75					
	Pz 429,776	0,I5-I,0	узкая полоса CN							
			Cr 429,773		0,I					
			V 429,768		>I					
			Mo 429,764		>5					
			Ce 429,78I		I0					
			Co 429,793		>I					
			V 429,803		0,25					
	Pz ⁷ II	440,884	0,I-I,0	Nd 440,882		I,0				
			Ce 440,887		5,0					
			Th 440,889		I,0					

№ I02-C

I	!	2	!	3	!	4	!	5	!	6
				Hf	440,88I		>I,0			
				Fe	440,842		0,03			
					полоса CN					
							со стороны коротких волн			
Нео- дим	Nd _{II} ^δ	430,357	0,01-0,4	Tu	430,354		>0,5			
				V	430,853		I			
				Pr	430,859		0,5			
				Ca	430,25		10			
				Er	430,38I		> I			
				Ti	430,590		I5			
Нео- дим	Nd _{II} ⁵	425,244	0,I-I,5		узкая полоса CN					
				Cr	425,224		I			
				Co	425,23I		0,5			
				Ce	425,245		5			
				Mo	425,049		5			
Самарий	Sm _{II} ⁷	432,90I	0,05-I	Th	432,900		I,0			
				Pr	432,898		>I			
				Pr	432,94I		>I			
				Th	432,869		2,5 разрешаются			
Самарий	Sm _{II} ⁸	442,434	0,03-I		полоса CN					
				Ce	442,43I		I0			
				Cr	442,428		0,5			
				Mo	442,420		I0			
				Cr	442,407		I			
				Nd	442,434		0,25			
				Ti	442,439		I0			
				V	442,456		5			
				Ca	442,540		20			
Европий	Eu ⁶	462,722	линия сравнения		полоса CN			со стороны длинных волн		
Диспрозий	Dy _{II} ⁷	430,867	0,05-I		полоса CN					
				Ce	430,850		I0			
				Ti	430,850		2			
				Mo	430,865		0,25			
				Th	430,826		I,0 совпадает с линией Fe			
				Nb	430,869		0,4			
				Er	430,863		>0,5			

	1	!	2	!	3	!	4	!	5	!	6
Скан-Sc _{II} ¹²	424,683	0,0008-0,06	Ce	424,67I			0,I		разре- шаются		
			Nd	424,688			>I,5				
			V	424,680			I				
			Tb	424,659			>I				
			Gd	424,655			0,2				
			Nd	424,737			0,05				
			Sm	424,739			0,05				
			Fe	424,743			0,05				
Sc _{II} ¹⁰	43I,409	0,005-0,2		узкая полоса CN							
			Sm	43I,387			>I				
			Gd	43I,385			0,2				
			Sm	43I,37I			0,5				
			Nb	43I,387			0,75				
			Ti	43I,43I			>I				
			Gd	43I,440			I,5				
			Ce	43I,448			2				
			Ta	43I,452			>I				
Иттрий Y _{II} ¹⁰	430,963	0,025-0,2	Fe	430,938			0,5		До 15% не мешает		
			Cr	430,97I			0,I				
			Ce	430,974			0,5				
			V	430,980			0,I				
			Th	430,999		полоса CN	3,5				
Y _{II} ¹²	437,493	0,00I-0,02	Mn	437,495			I,0				
			Th	437,490			I,0				
			Sm	437,497			0,I				
			Gd	437,499			I,0				
			Nd	437,504			I,5				
			Co	437,492			2,5				
			Nd	437,492			I,0				
			Ti	437,480			5,0				
			Dy	437,480			I,5				
			Mo	437,489							
			Mo	437,50I			I,5				

Таблица 6

Основные аналитические линии редкоземельных элементов,
иттрия и тория в области спектра 250–350 нм и линии
меняющих элементов

	I	!	2	I	3	!	4	I	5	I	6
Лан- тан	La^9 La^{11}	342,512	0,025–0,75	с с	324,495 ^{x)}			5,0			
					Ce 324,512			8,0			
					Dy 324,514			0,1			
					полоса СН						
					Sm 324,511			0,5			
					Ce 324,517			0,3			
					V 324,480			0,5			
					Mn 324,510			0,5			
	Lu^{10} Lu^{11}	333,749	0,01–0,2		Er 333,725			0,2			
					Dy 333,730			2,5			
					Ce 333,730			5,0			
					Th 333,749			2,5			
					узкая полоса СН						
											учитывать фон с двух сто- рон
					Ta 333,750			5,0			
	La^7 La^{11}	261,033	0,2–3,0		Ce 261,033			5,0			
					Cr 261,029			2,5			
					Nb 261,027			1,5			
					Mo 261,020			0,3			
					Mn 261,020			0,1			
					Ta 261,018			3,0			
	La^7 La^{11}	310,459	0,1–1,5		Ce 310,447			10			
					Ce 310,459			10			
					Th 310,459			0,5			
					Th 310,445			1,0			
					Eu 310,442			5,0			
					Cr 310,470			0,75			

x) Контрольная линия: Ce 308,447 нм

№ I02-C

I	!	2	!	3	!	4	!	5	!	6
Церий Ce _{II} ⁷ 320, I7I	0, I-2	Ti	320, I59		0, I		разрешают-			
		Zr	320, I80				ся			
		Sm	320, I79		I, 0		появляется			
		Ta	320, I97		0, I		в цирконах			
		Th	320, 2I3		I, 5					
		W	320, I58		I, 5					
Ce _{II} ⁷ 322, II7	0, 06-6	Ti	322, II5		0, I					
		W	322, I2I		2, 0					
		Ni	322, I27		0, 25		лежит на			
		Th	322, I29		5, 0		полосе CN			
Ce _{II} ⁶ 3I6, 4I5	0, 25-3	Fe	3I6, 430		I0					
		Zr	3I6, 43I				появляется			
		Ni	3I6, 4I7		2, 5		в цирконах			
			слабая полоса CN							
		Dy	3I6, 404		I, 0					
		Th	3I6, 387		I, 0					
		Fe	3I6, 387							
Ce _{II} ⁶ 3I6, 9I8	0, I5-I0	Th	3I6, 927		I, 0		разрешаются			
		Mn	3I6, 930		2, 5		< I0			
		Er	3I6, 929		0, 25					
		W	3I6, 897		0, I					
Самарий Sm _{II} ⁶ 32I, 860	0, I-I	Ce	32I, 838		0, 5					
рий		V	32I, 836		0, I					
		No	32I, 85I		0, 4					
		W	32I, 86I		0, 3					
		Th	32I, 83I		I, 0					
		Ti	32I, 868		5, 0					
		Ti	32I, 827		0, I					
		Cr	32I, 869		2, 5					
		Zr	32I, 868				появляется			
		Ce	32I, 894		0, I		в цирконах			
Sm _{II} ⁶ 329, 58I	0, I-I	Th	329, 577		20					
		Ti	329, 565		I, 0					
		Th	329, 553		0, 25					
		Fe	329, 582		5, 0					
		Dy	329, 592		2, 5					
		Mn	329, 603		0, I5					
		Nb	329, 60I		0, 5					
		V	329, 590		5, 0					

№ I02-C

I	!	2	!	3	!	4	!	5	!	6
Sm _{II} ⁷	336,586	0,06-0,5		полоса СМ						
				Ce 336,584		I,0				
				Nb 336,587		I,5				
				Dy 336,580		0,5				
				Ni 336,577		0,05				
				Nd 336,571		0,2				
				V 336,555		0,1				
				Cr 336,580		I,0				
Евро- Eu _{II} ⁹ пий	272,778	0,01-0,2 (или линия сравнения)		Ta 272,778 ^X		0,I				
				Sm 272,774		I0				
				Ce 272,768		>I0				
				W 272,795		>I,0				
				Fe 272,804		55	разрещается			
				Fe 272,754		20	разрещается			
				Mn 272,740		I,0				
Eu _{II} ⁹	281,395	0,01-0,2 (или линия сравнения)		указная полоса СН						
				Hf 281,386XX)		0,03				
				Mn 281,399		0,5				
Eu _{II} ⁷	271,697	(или линия, сравнения)		Ta 271,718 ^{XX)}		>I,0				
				Mo 271,716		>I,0				
				W 271,690		>I,0				
				Nb 271,662		0,5				
Eu _I ⁸	3II,I43	0,06-I (или линия сравнения для дуговых линий р.э.)		Dy 3II,I55		2,5				
				Th 3II,I40		0,3				
				Nb 3II,I45		0,5				
				Co 3II,I39		I,0				
				Cr 3II,I34		I0				
				Ti 3II,I29		5,0				
Гадо- Eu _{II} ⁹ линий	301,014	0,01-0,4		Fe 301,014		5,0				
				Dy 301,020		0,5				
				Sm 301,001		>I,0	появляется в			
				Zr 300,981			цирконах			
				Ce 300,977		I,5				
				Cr 300,970		5,0				
				Th 300,972		I,0				
				Ti 301,014		I0				
				Zr 301,023		I0	появляется			
							в цирконах			

х) контрольная линия Ta 271,467 нм

xx) контрольная линия Hf 269,640 нм

№ I02-C

I	!	2	1	3	!	4	!	5	!	6
qd_{II}^8	299,906	0,02-I,5	Tb	299,905	>I,5					
			Fe	299,885	0,5					
			Cr	299,879	0,03					
			Ce	299,876	0,5					
			Ce	299,907	2,5					
			Th	299,909	0,I					
			Fe	299,95I	I0					
$\text{qd}_{\text{II}}^{10}$	310,05I	0,0I-0,2	Cr	310,050	1,0					
			Mo	310,05I	2,0					
			Tb	310,05I	I,0					
			Dy	310,060	2,5					
			Ti	310,067	I,0					
			Nb	310,040	0,2					
			Fe	310,030	0,I					
			Fe	310,067	0,I					
qd	284,023	0,2-I,5	W	284,022	>1,0					
			Th	284,0II	>2,0					
			Cr	284,002	>I,0					
			Mn	284,000	>I,0					
			Sn	283,999	0,00I					
			Fe	284,042	>I0					
Тер- бий	32I,995	0,02-0,4	Ce	32I,995	I0					
			Sm	32I,986	>0,5					
			Fe	32I,98I	I0					
			Zr			появляется в цирконах				
			W	322,006	2,0					
			Ti	322,028	I0					
Tb^7	307,005	0,I-I	Mn	306,997	0,15					
			Hf	307,000		появляется в цирконах				
			Mn	307,027	0,03					
			Th	307,0I0	2,5					
			Ti	306,980	5,0					
Tb_{II}^8	328,504	0,02-0,4	V	328,502	0,5					
			Mo	328,502	0,25					
			Zr	328,47I	0,00I					
			Mo	328,462	3,0					
			Mo	328,46I	I,5					
			Th	328,559	5,0					
			Ti	328,505	0,2					
			Fe	328,520	5,0					
			Ce	328,522	0,I	разрешаются				
			Ti	328,525	5,0					

№ 102-С

I	!	2	!	3	!	4	!	5	!	6
Tb ⁸		332,440		0,01-0,4		Fe 332,454		0,1		
						Cr 332,495		5,0		
						Dy 332,42		1,0		
Дис- про- зий	Dy ⁸	331,989		0,015-0,25		Er 331,989		0,5		
						Mn 331,989		5,0		
						Eu 331,989		0,5		
						Ca 331,982		0,3		
						Ti 331,991		0,5		
	Tb ⁸					Th 331,991	>1,0			
						Th 331,991	1,0			
						Zr				
	Dy ⁷	303,829		0,05-0,5		Fe 303,829	10			
						Co 303,831	0,5			
						Th 303,840	1,0			
						Mn 303,850	0,3			
						V 303,853	-0,5			
Голь № ¹⁰ мий	Ho ¹⁰ II	345,600		0,008-0,1		Er 345,600	1,0			
						Zr 345,591	0,1			
						Th 345,594	0,75			
						Ce 345,634	5,0			
						Ti 345,639	1,0			
						Nb 345,610	10			
Ho ⁸ II	341,646			0,05-0,4		Er 341,645	>1,0			
						Th 341,642	1,0			
						Fe 341,629	10			
						Ce 341,655	5,0			
						Ce 341,670	0,15			
						Zr 341,669	разрешаются появляется в цирконах			
Ho ⁷	308,654			0,1-0,4		Co 308,640	0,25			
						Co 308,678	0,015			
						Y 308,685	0,75	лежит на полосе СИ		
						Zr 308,646	появляется в цирконах			
E ₂ ⁸ III	331,2424			0,008-0,1		Sm 331,241	0,1			
						Dy 331,288	0,3			
						Ni 331,282	0,3			
						Nb 331,260	0,2			

№ I02-C

I	!	2	!	3	!	4	!	5	!	6
Ez ⁷ II		322,073		0,08-0,5		Hf 322,060				
						Dy 322,050	0,8			появляется в цирконах
						Ti 322,047	0,05			
						Co 322,043	2,5			
						Ca 322,075	10			
						Ce 322,087	1,0			лежит на полосе CN
						Nb 322,093	3,0			
Ez ⁷ II		267,08		0,1-0,5		V 267,023	2,5			
						Cr 267,024	2,5			
						Mn 267,020	2,5			
						Nb 267,015	5,0			
						Mo 267,032	1,0			
						Zn 267,058	10			
Ту- лий	Tu ¹² II	313,126		0,008-0,05		Cr 313,121	0,15			
						Ti 313,150	2,5			
						Mo 313,120	1,5			
						Zr 313,110	10			появляется в цирконах
						Be 313,107	0,001			
						Th 313,107	1,0			
						Tb 313,135	1,0			
						полоса CN				
Tu		286,922		0,025-0,4		V 286,913	1,0			
						W 286,910	3,0			
						Fe 286,887	5,0			
						Fe 286,981	0,5			
						Zr 286,981	0,003			
						Hf 286,982	0,003			
Tu ¹⁰		315,103		0,0063-0,1		Fe 315,100	10			
						Ta 315,085	3,0			
						Ca 315,074	10			
						Ce 315,113	0,1			мешает фfn
						W 315,129	1,5			
						Th 315,100	2,5			
Иттер- бий	Yb ¹⁰ II	289,138		0,003-0,1		Mn 289,132	0,3			
						Mo 289,127	0,75			
						Er 289,139	1,0			
						Th 289,125	0,5			
						Fe 289,140	10			
						Tb 289,141	> 1,0			
						Nb 289,141	10			

I	!	2	!	3	!	4	!	5	!	6
						Cr 289,141	0,1			
						V 289,164	0,5			
Yb	¹² II	328,987	0,0004-0,01	узкая полоса CN						
						Er 328,936	0,25			
						Fe 328,985	7,5			
						Co 328,928	2,5			
						Mo 328,901	0,5			
						V 328,989	0,5			
						Fe 328,944	5,0			
						Nb 328,945	1,5			
Yb	⁸ II	275,048	0,05-0,4		Mo 275,050	5,0				
					Co 275,048	7,5				
					Ta 275,041	1,0				
					Er 275,017	1,0				
					Mn 275,043	2,5				
					W 275,015	>1,0				
					Cr 275,073	0,05				
					Fe 275,014					
					Fe 275,073	5,0				
					Fe 275,088					
					Co 275,089					
					Нр 275,045					
					Zr 275,094					
Лютё-	Lu ^{II} ций	261,542	0,003-0,1		Er 261,542	0,5				
					Mo 261,589	1,5				
					Co 261,688	1,5				
					Fe 261,542 ^{x)}	2,5				
					Co 261,546	20				
					Ta 261,545	0,3				
					Ta 261,525					
					Ta 261,565	0,1				
Lu	⁹ II	290,080	0,01-0,4		Cr 290,025	5,0				
					Mn 290,016	0,5				
					Th 290,000	0,01	меняет от 25			
					V 289,996	10				
					Co 289,982	2,5				
					Ta 290,086	0,2				
					Co 290,087	>3,0				
					Mn 290,055	1,5				

х) Контрольные линии: Fe 267,321 нм и Fe 261,449 нм

I	!	3	!	4	!	5	!	6	:	6
Lu ¹⁰		29I, I39		0,006-0,2		Th 29I, I32	дуб.	0, I5		
						Cr 29I, II4		2,5		
						V 29I, I06		0,5		
						Er 29I, I42		0,5		
						Ce 29I, I51		I,0		
						Co 29I, I45		2,5		
Иттрий Y ¹² _{II}		324,228		0,003-0,05		Ti 324, I99		0, I	разрешаются	
						Fe 324, 227		0,5		
						Th 324, 225		0,5		
						Zr 324, 216		I0	появляется в цирконах	
						Ce 324, 213		2,0		
						Nb 324, 200		I,5		
						Ta 324, 205		0,5		
						Nb 324, 205		I,5		
						Sm 324, 203		2,5		
						W 324, 202		0,5	мешает от I,%	
						V 324, I9		0,05		
						полоса CN				
Y ¹¹ _{II}		320,027		0,01-0,4		Mo 320,021		2,0		
						Ni 320,042		0,5		
						Fe 320,047		0,001	мешает от 0,5%	
						Nb 320,058		0,5		
						Hf 319,999		0,75		
						Ti 319,992		0,003	мешает от I%	
Y _I		298,426		0,05-I,5		Th 298,430		I,0		
						W 298,414		2,0		
						Ni 298,413		0,05		
						Ce 298,411		I0		
						Cr 298,403		I,0		
						Dy 298,435		2,5		
						V 298,433		0,5		
						Th 298,435		I,5		
						Hf 298,436		5,0	появляется в цирконах	
						Ce 298,456		I,0		
Y ⁹ _{II}		297,459		0,095-I,5		V 297,450		0,5		
						V 297,460		0,3		
						Nb 297,455		0,75		
						Ce 297,448		I,0		
						Er 297,448		0,I		
						W 297,439		3,0		
						Th 297,482		I,0		
						Th 297,482		0,I		

I	!	2	!	3	!	4	!	5	!	6
γ_{II}^7		29I,905		0,2-I,5		Mo 29I,888		I,0		
						Tb 29I,899		I,0		
						Ta 29I,896		2,5		
						Nb 29I,892		0,75		
						Dy 29I,890		2,5		
						Mn 29I,912		I,0		
						Co 29I,980		0,3		
						Fe 29I,921		6,5		
Торий Th_{II}^8		287,04I		0,03-2,0		Cr 287,044 ^{x)}		0,05		
						Ce 287,050		2,5		
						V 287,055		0,03		
						Mo 287,018		I,5		
						Cr 287,018		0,I		
						Mn 287,008		0,5		
						V 287,01I		0,5		
Th_{II}^8		269,242		0,03-2,0		Ce 269,24I ^{xx)}	I0			
						Ta 269,240 ^{xx)}	0,03			
						Mn 269,244	I0			
						Zr 269,260	5,0	появляется в цирконах		
						Fe 269,225	20			
						Fe 269,266	5,0			
						Mn 269,266	2,5			
Th_{II}^8		304,909		0,06-2,0		Eu 304,903	0,5			
						Fe 304,90I	30			
						W 304,900	I,5			
						Ce 304,898	I0			
						Co 304,889	0,I			
						Ta 304,886	0,05			
						Dy 304,913	0,3			
						Mo 304,929	I0			
						Er 304,929	0,5			
						Hf 304,929}		появляются в цирконах		
						Zr 304,983}				
Th_{II}^8		329,I7		0,06-2,0		V 329,I67	I,0			
						Cr 329,I76	0,I			
						Nb 329,I92	I0			
						Nb 329,202	0,I5			
						Mo 329,I59	3,0			
						Ta 329,I89	0,I			

x) Контрольная линия Cr 296,764 нм (несколько более сильная).

xx) Контрольные линии Ta 27I,467 нм и Ta 285,049 нм.

I	!	2	!	3	!	4	!	5	!	6
Барий $\text{Ba}^{\frac{3}{2}}$	II	277, I36	линия срав- нения (только для анали- за суммы окислов)		Ce 277, I51] Ce 277, I46] Tb 277, I52 Mn 277, I48 Tb 277, I51 Cr 277, I29 Cr 277, I45 V 277, I40 Nb 277, I40		2,5 0,25 0,5 1,0 2,5 1,0 5,0 0,75			

Примечания к табл. 5 и 6:

1. Таблицы 5 и 6 составлены для дисперсии 0,4 нм/мм.
При дисперсии 0,2 нм/мм несколько повышается чувствительность
анализа и устраняется ряд мешающих линий.

2. Чувствительность и принадлежность линий к атомам и
ионам указана по атласу С.К. Калинина и др.⁴. Длины волн линий,
чувствительность и принадлежность которых не обозначена,
взяты в таблицах Гаррисона^{II}.

3. Если длина волны мешающей линии отличается от длины
волны аналитической линии не менее, чем на 0,02 нм, то такая
линия не мешает определению при условии, что она достаточно
тонкая. При увеличении содержания мешающего элемента его ли-
ния расширяется и может перекрыть аналитическую линию при
различии в длинах их волн 0,02 нм и даже более (для дисперсии
0,4 нм/мм).

Л и т е р а т у р а

1. Виноградов А.П. Среднее содержание химических элементов в главных типах извержения горных пород земной коры. Геохимия, 1962, № 7.

2. Гиллабранд В.Ф., Иендель Г.Э., Брайт Г.А., Гофман Д.И. Практическое руководство по неорганическому анализу. Госхимиздат., М., 1957.

3. Инструкция по внутрилабораторному контролю точности (воспроизводимости) результатов количественных анализов рядовых проб полезных ископаемых, выполняемых в лабораториях Министерства геологии СССР. Москва, ВИМС, 1968.
4. Калинин С.К., Замятина Г.М. и др. Атлас спектральных линий для дифракционного спектрографа. Изд-во АН Каз. ССР, Алма-Ата, 1967.
5. Маламед Ш.Г., Земскова М.С. Атлас спектральных линий редкоземельных элементов для спектрографа ДФС-13. Гидромет, М. 1964г.
6. Микулин В.П. Фоторецептурный справочник для фотолюбителя. Изд-во "Искусство", М., 1960.
7. Прокофьев В.К. Фотографические методы количественного спектрального анализа металлов и сплавов. ч. II, Техгоиздат, М.Л., 1951г.
8. Русанов А.К., Алексеева В.М., Ильясова Н.В., Хитров В.Г. "Спектрографическое количественное определение малых содержаний редкоземельных элементов в горных породах и минералах". Ж. аналит. химии, 1962, 17, № 7, 809.
9. Семенов Е.И. Минералогия редких земель. Изд-во АН СССР, М., 1968.
10. Серебряников В.В., Алексеенко Л.А., Курс химии редкоземельных элементов. Изд-во Томского ун-та, Томск, 1963.
- II. Morrison G.K. Wavelength tables, New-York, 1939.

Перечень наиболее распространенных минералов редкоземельных элементов

№п/п	Минерал	Химическая формула	Содержание редкоземельной суммы окислов в сколько раз	Коэффициент разбавления (во сколько раз)
1	2	3	4	5

СИЛИКАТЫ

I.	Гадолинит	$\text{Y}_2\text{FeBe}_2[\text{O} \text{SiO}_4]_2$	48-55	5 (Ce-группа 20-30)
2.	Бритолит ^{x)}	$[\text{Na}, \text{Ce}, \text{Ca}]_5[\text{F} \text{Si}_2\text{O}_4(\text{PO}_4)_5]$		(Y-группа)
3.	Алюмо-бритолит ^{x)}	$[\text{Ca}, \text{Al}, \text{Ce}, \text{La}, \text{Y}, \text{Fe}]_5[(\text{OH}) \text{Si}_2\text{O}_4(\text{PO}_4)_5(\text{AlO}_4)_3]$	50-65	5 (Ce-группа) 25 (Y-группа)
4.	Иттробритолит ^{x)} (абукумалит) ^{x)}	$[\text{Ce}, \text{Th}, \text{Ca}]_5[(\text{F}, \text{OH}) \text{Si}_2\text{O}_4(\text{PO}_4)_5(\text{AlO}_4)_3]$		
5.	Ортит ^{x)}	$[\text{Ca}, \text{Ce}, \text{Mn}]_2[\text{Fe}^{\text{II}}, \text{Fe}^{\text{III}}, \text{Mg}] \text{Al}_2[\text{O} \text{OH} \text{Si}_2\text{O}_7]$		
6.	Иттроортит	- - - СУ	8-29	5-10
7.	Mg-ортит	$[\text{Ca}, \text{Ce}, \text{Mg}, \text{Al}] [\text{O} \text{OH} \text{Si}_2\text{O}_4 \text{Si}_2\text{O}_7]$		
8.	Ринкит	$[\text{Na}(\text{Ca}, \text{Ce})_2(\text{Ti}, \text{Ce})\text{F} \text{O} \text{Si}_2\text{O}_7]$		
9.	Ринколит (ловчоррит)	Ринколит, содержащий Sr	18-20	5-10
10.	Чевкинит	$[\text{Ce}, \text{La}, \text{Ca}]_4[\text{Fe}^{\text{II}}, \text{Ti}, \text{Al}, \text{Fe}^{\text{III}}]_2[\text{Ti}_2[\text{O}_4 \text{Si}_2\text{O}_7]]_2$	26-47	20
II.	Иттриялит	$\text{Y}_2(\text{Th})[\text{Si}_2\text{O}_7]$	50-65	25-30
12.	Шерлит	$[\text{Ca}, \text{Fe}] \text{Ce}_5[\text{H}(\text{OH})_2 \text{Si}_2\text{O}_7](\text{Cl}, \text{A}, \text{Dy}, \text{Al})$	70-75	35
13.	Стенструпин	$\text{Na}_2\text{Ce}(\text{Mn}, \text{Ta}, \text{Fe}^{\text{III}})\text{H}_2[\text{Si}_2\text{O}_7]_3$	24-35	20
14.	Вудъяврит	$\text{Ce}_4(\text{Ti}_2\text{O}_6)_3 \cdot n\text{SiO}_2 \cdot m\text{H}_2\text{O}$	15-25	10
15.	Спенсит	$(\text{Y}, \text{Ca})_4(\text{Al}, \text{Fe})\text{B}_3[(\text{O}, \text{OH}) \text{Si}_2\text{O}_7]_4$	20-30	10-15

КАРБОНАТЫ

I.	Лантанит	$(\text{La}, \text{Dy}, \text{Ce})_2(\text{CO}_3)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	50-55	25-30
2.	Сахамалит	$[\text{Ce}, \text{La}, \text{Nd}]_2(\text{Mg}, \text{Fe})[\text{CO}_3]_4$	31-52	20-25
3.	Бербанкит	$\text{Na}_2[\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba}, \text{Ce}, \text{La}]_4[\text{CO}_3]_5$	10-15	5-10
4.	Анклит	$\text{Sr}_3(\text{Ce}, \text{La}, \text{Dy})_4[(\text{OH})_4 (\text{CO}_3)_7] \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	44-50	25

^{x)} Силикатапатит

	1	2	1	3	1	4	1	5
--	---	---	---	---	---	---	---	---

ФТОРКАРБОНАТЫ

1. Бастнезит	Ce [F CO ₃]	75-78	35
2. Хуанхит	Ba,Ce [F (CO ₃) ₂]	34-40	20
3. Паризит	Ca,Ce ₂ [F ₂ (CO ₃) ₃]	55-80	30-35

ФТОРИДЫ

1. Иттрофлюорит	[Ca,Y] F ₂ - 2,33	}	8-2I	5
2. Церфлюорит	[Ca,Ce] F ₂ - 2,33			
3. Флюоцерит (тизомит)	[Ce, La] F ₃		68-7I	30-35
4. Гагаринит	Na ₂ TR, Ca ₂ F ₆		55-65	30
5. Чухровит	Ca ₃ Al ₂ TR [SO ₄]F ₁₅ · 10H ₂ O		II-20	5-I0

ФОСФАТЫ

1. Монацит	Ce [PO ₄]	58-75	25-30
2. Цераллит	(Ce,Ce,La,Tb)(PO ₄)	25-30	I0-I5
3. Рабдофанит	Ce [PO ₄] · 2 H ₂ O	32-65	I5-20
4. Ксенотим	Y [PO ₄]	57-75	30
5. Вейншенкит	(Y,Er) [PO ₄] · 2H ₂ O	}	44-55
6. Черчит	[Ce,Ce] PO ₄		

ОКИСЛЫ

I. Сумма окислов р.з.э., выделенная из различных объек- тов химическим пу- тем	$\Sigma TR_2 O_3$	~100	30-35
2. Давидит (Fe,Ce,U) ₂ (Ti, Fe ⁺⁺⁺) ₅ O ₁₂	II-I9	I0	
3. Фергусонит Y(Nb,Ta) O ₄	30-45	I5-20	
4. Эвксениит-поликраз (Y,Er,Ce,U,Pb,Ca)(Nb,Ta,Ti) ₂ (O,OH) ₆	20-35	I0-I5	
5. Эшинит (Ce,Nb,Th,Y)(Ti,Nb ₂) ₂ O ₆	I5-32	I0	
6. Ферсмит (Ca,TR)(Nb,Ta) ₂ (O,OH,F) ₆	3-I7	I-I0	
7. Самарскит (Y,Er) ₄ [(Nb,Ta) ₂ O ₇) ₃	I5-28	I0	

Приложение 2

Перечень наиболее распространенных минералов, содержащих редкоземельные элементы

№п/п	Минерал	Химическая формула	Содержание окислов р.з.э., %	Рекомендуемый коэффициент разбавления (во сколько раз).
------	---------	--------------------	------------------------------	---

СИЛИКАТЫ

1. Везувиан $\text{Ca}_{10}(\text{Mg}, \text{Fe})\text{Al}_4[(\text{OH})_4|\text{SiO}_4|(\text{Si}_2\text{O}_7)_2]$ 0-2,5 I
2. Эпидот $\text{Ca}_2(\text{Al}, \text{Fe}^{++})\text{Al}_2[\text{OH}|\text{SiO}_4|\text{Si}_2\text{O}_7]$
3. Иттреэпидот — " — " — $\text{Ca} \rightarrow \text{Y}$ } 0-5 I
4. Эвдиалит $(\text{Na}, \text{Ca}, \text{Fe})_6\text{Zr}[(\text{OH}, \text{Ce})(\text{Si}_5\text{O}_9)_2]$ 0-7 I
5. Иттреэвдиалит — " — " — $\text{Ca} \rightarrow \text{Y}$ } 0-7 I
6. Торит (оранжит) $\text{Th}(\text{SiO}_4)$
7. Хаттонит (Ce-торит) $(\text{Ce}, \text{Th})(\text{SiO}_4)$
8. Сфен (иттротитанит) $(\text{Ca}, \text{Y}, \text{Ce})(\text{Ti}, \text{Al}, \text{Fe})[\text{SiO}_4]_8$ I2 4-5
только при высоком содержании редких земель

ФОСФАТЫ

1. Апатит }
2. Y-апатит } $\text{Ca}_5[\text{F}|\text{Ce}|\text{OH}|\text{O}](\text{PO}_4)_3$ 0-6 I-3

КАРБОНАТЫ

1. Ce-кальцит }
2. Y-кальцит } CaCO_3 } 0-3 I

ФТОРИДЫ^{x)}

- I. Флюорит Ca F_2 0-2 I

x) Фториды и фторкарбонаты редких земель анализируют по стандартным порошкам, изготовленным на основе искусственного флюорита.

**ВЫДЕЛЕНИЕ СУММЫ ОКИСЛОВ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ
ИЗ МИНЕРАЛОВ И ГОРНЫХ ПОРОД**

Сущность метода

Чувствительность спектрального анализа не позволяет определять всю гамму редкоземельных элементов, если в пробе содержится менее 0,3%-0,5% окислов р.з.э. в сумме. В этом случае химическим путем выделяют сумму окислов р.з.э. и анализируют ее спектральным методом.

Навеску анализируемой породы разлагают смесью фтористоводородной и серной или смесью фтористоводородной и хлорной кислот. Для отделения мешающих элементов редкоземельные элементы выделяют в виде фторидов или в виде оксалатов, в зависимости от характера сопутствующих компонентов. После дующим осаждением аммиаком отделяют р.з.э. от кальция и выделяют оксалаты, прокаливая которые получают сумму окислов редкоземельных элементов, иттрия, скандия и тория.

Реактивы и материалы

- I. Кислота азотная $d = 1,42^{\text{X})}$; разбавленная 2:1 и 3-5%-ный раствор.
2. Кислота серная $d = 1,84$.
3. Кислота соляная $d = 1,19$ и 1,12 и разбавленная 1:1.
4. Кислота фтористоводородная, 40%-ная и разбавленная 1:20.
5. Кислота хлорная, 40%-ная.
6. Кислота цавелевая, х.ч., насыщенный и 1%-ный растворы.
7. Аммиак, 2%-ный раствор и перегнанный, не содержащий CO_2 .
8. Аммоний азотнокислый, 1%-ный раствор.
9. Калий пиросернокислый, х.ч.
10. Натрий углекислый, безводный, х.ч.

^{X)} d - относительная плотность

Ход анализа

Выделение суммы редкоземельных элементов по оксалатной схеме (обычная схема)

Навеску горной породы 3-15г (в зависимости от предполагаемого содержания р.з.э. в образце) смачивают в платиновой чашке несколькими миллилитрами воды, прибавляют 15-20 мл серной и 20-30 мл фтористоводородной кислоты или такие же количества хлорной и фтористоводородной кислот и нагревают до полного разложения пробы и появления обильных паров серной (или хлорной) кислоты. По охлаждении остаток смачивают несколькими миллилитрами воды и снова упаривают до выделения паров. Эту операцию повторяют 2-3 раза для полного удаления следов фтора. К остывшему остатку приливают 15-20 мл соляной кислоты 1:1, переносят содержимое чашки горячей водой в стакан емкостью 200-500 мл, доводят до объема 150-300 мл (в зависимости от величины навески) и кипятят до полного растворения солей. Осаждают аммиаком гидроокиси редкоземельных элементов, иттрия, железа, алюминия и др., приливая избыток NH_4OH (приблизительно 1 мл на каждые 100 мл раствора). Раствор охлаждают, гидроокиси отфильтровывают через фильтр с белой лентой и промывают 2-3 раза 1%-ным раствором азотно-кислого аммония с несколькими каплями аммиака. Осадок с фильтром помещают в тот же стакан, приливают воды, добавляют 1-2 мл соляной или азотной кислоты и насыщенный раствор щавелевой кислоты в объеме, равном половине объема испытуемого раствора. Раствор нагревают до кипения и оставляют на ночь. На следующий день загрязненный осадок оксалатов р.з.э. иттрия, скандия и тория отфильтровывают через фильтр с синей лентой, промывают 1%-ным холодным раствором щавелевой кислоты, фильтр подсушивают, озолят при $400-500^\circ\text{C}$ и осадок растворяют в азотной кислоте с добавлением нескольких капель пергидроля. Вместо растворения в кислоте остаток можно сплавить с пирокальфратом калия и растворить сплав в 3-5% -ной азотной кислоте. В полученном растворе осаждают гидроокиси аммиаком, не содержащим CO_2 , с добавлением одной капли пергидроля.

После охлаждения раствора осадок отфильтровывают и заливают водой. Затем прибавляют насыщенный раствор щавелевой кислоты в объеме, равном половине объема испытуемого раствора, и оставляют на ночь. Оксалаты отфильтровывают и фильтр сжигают. При анализе навесок порядка 15 г эти операции (осаждение гидроокисей, оксалатов и их озоление) повторяют 3-4 раза для полной очистки от сопутствующих элементов.

Очищенный осадок оксалатов р.з.э., иттрия, скандия и тория после прокаливания растворяют в стаканчике емкостью 50 мл в азотной кислоте 2:1 с добавкой пергидроля, кипятят, упаривают до влажных солей, приливают 10-15 мл воды, 3-5 мл насыщенного раствора щавелевой кислоты, доводят до кипения и оставляют на ночь. Выделившийся осадок оксалатов отфильтровывают, промывают, высушивают, прокаливают при 700-800°C и взвешивают. Осадок представляет сумму окислов редкоземельных элементов, иттрия, скандия и тория.

Выделение суммы редкоземельных элементов по фторидной схеме.

При высоком содержании в анализируемом материале железа, титана, ниобия, tantalа и циркония и содержании р.з.э. не менее сотых долей процента следует использовать фторидную схему анализа.

Навеску пробы 3-5 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, приливают на холода 20-30 мл фтористоводородной кислоты, перемешивают, нагревают на плитке при помешивании и упаривают до объема 3-5 мл. Если проба не разложилась, нагревание с фтористоводородной кислотой повторяют. После полного разложения навески содержимое чашки разбавляют горячей водой, перемешивают, охлаждают и после отстаивания осадка отфильтровывают фториды через плотный фильтр в эбонитовой или полиэтиленовой воронке. Осадок промывают фтористоводородной кислотой 1:20, смывают с фильтра в платиновую чашку, в которой разлагали навеску, фильтр сжигают отдельно и золу присоединяют к осадку. В чашку приливают 3-5 мл серной кислоты и упаривают до выделения паров серной кислоты. По охлаждении стенки чашки обмывают водой и снова упаривают до

обильных паров серной кислоты. Выпаривание повторяют дважды для полного удаления фтора. По охлаждении сульфаты обрабатывают холодной водой, переносят в стакан, прибавляют 3-5 мл соляной кислоты $d = 1,12$, нагревают до кипения и осаждают гидроокиси аммиаком, не содержащим CO_2 (с добавлением капли пергидролия), до отчетливого запаха аммиака. Если в образце присутствует свинец или барий, то нерастворившийся остаток сульфатов отфильтровывают, сплавляют с содой и после растворения в соляной кислоте присоединяют к основному раствору. Раствор с осадком охлаждают, фильтруют через фильтр с белой лентой, промывают холодным 1%-ным раствором азотнокислого аммония с несколькими каплями аммиака. Осадок с фильтром помещают в тот же стакан, приливают приблизительно 40 мл воды, 1-2 мл соляной кислоты, добавляют 20 мл насыщенного раствора щавелевой кислоты и после кипячения оставляют на ночь. Осадок оксалатов р.з.э., иттрия, скандия и тория отфильтровывают через фильтр с синей лентой и промывают 1%-ным раствором щавелевой кислоты. Фильтр с осадком подсушивают и озолят при $400-500^\circ\text{C}$. Затем окончательно осаждают оксалаты р.з.э. из малого объема, как описано выше при анализе по оксалатной схеме.

Чтобы определить содержание редкоземельных элементов в исходной пробе, делят содержание р.з.э. в выделенной сумме, найденное спектральным методом, на степень обогащения, которая равна $\frac{H}{D}$, где D - исходная навеска, г; H - вес концентратата, г.

Сдано в печ. 21.У.70г. Подписано к печ. I9/X-70г.
Л-93589 Заказ № 41 Тираж 600 экз.

Ротапринт ОЭП ВИМСа

КЛАССИФИКАЦИЯ
лабораторных методов анализа минерального сырья по их наз-
нанию и достигаемой точности

Категория анализа	Назначение 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 контролльных анализах.	Ошибки анализа должны укладываться в допуски	I
IV.	Анализ технологических продуктов	текущий контроль технологических процессов	Ошибки анализа могут укладываться в расширенные допуски по особым договоренностям с заказчиком.	1-2
V.	Особо точный анализ геохимических проб	определение редких и рассеянных элементов	ошибка определения не должна превышать половины допуска; для низспутников" при близких содержаниях, для клярковым содержанием.	0,5
VI.	Анализ рядовых геохимических проб	анализ проб при геохимических и других исследованиях	ошибка определения должна укладываться в удвоенный допуск; вышней чувствительностью и высокой производительностью.	
VII.	Полуколичественный анализ	качественная характеристика минерального сырья	при определении содержания элемента допускается отклонение на 0,5-1% от установленного указанием нормативом содержания элементов, применяемая при металлогеологической съемке и др. поисковых геологических работах	2
VIII.	Качественный анализ	качественное определение	точность определения не должна присутствовать в минеральном сырье.	