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



Научный совет по аналитическим методам

Химические методы
Инструкция № 193-Х

ФТОР И ХЛОР

Москва
1982

gost.e-ecolog.ru

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 ана 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 возможныхискажений разрешается только фотографическим или электронным способом.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
Научный совет по аналитическим методам
при ВИМСе

Химические методы
Инструкция № 193-Х

Согласовано
Зам. начальника
Технического управления
Мингео СССР
И.И.Малков

ИОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРА И ХЛОРА В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ С ПИРОГИДРОЛИТИЧЕСКИМ РАЗЛОЖЕНИЕМ ПРОБЫ

Всесоюзный научно-исследовательский институт
минерального сырья (ВИМС)

Москва, 1982

В соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. инструкция № I93-X рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам для анализа рядовых проб- III категория.

(Протокол № 36 от I4.I.I98I г.)

Председатель НСАМ — Г.В.Остроумов

Председатель секции химических методов — Л.Н.Любимова

Ученый секретарь — Р.С.Фридман

Инструкция № 193-Х рассмотрена в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 36 от 14.I.81 г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с I марта 1982 г.

ИОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРА И ХЛОРА В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ С ПИРОГИДРОЛИТИЧЕСКИМ РАЗЛОЖЕНИЕМ ПРОБЫ*)

Сущность метода

Методика ионометрического определения фтора и хлора, разработанная И.А.Столяровой, М.П.Филатовой и С.В.Потаповой, основана на явлении возникновения концентрационного электрического потенциала на границе ионоселективного электрода и раствора, содержащего ионы фтора или хлора. Концентрацию фтора или хлора в растворе находят, измеряя электродвижущую силу (ЭДС) гальванической ячейки, состоящей из индикаторного (ионоселективного) электрода и электрода сравнения (хлорсеребряного или каломельного), помещенных в анализируемый раствор[1,2].

При постоянной ионной силе, создаваемой инертным электролитом, ЭДС (Е) является логарифмической функцией концентрации (С) и выражается уравнением Нернста[5]:

$$E = E_0 - \frac{R \cdot T}{n \cdot F} \ell g C,$$

где: E_0 - ЭДС ячейки при С=I;
При 20°С $E = E_0 - 58{,}16 \ell g C$.

Для определения концентрации ионов фтора или хлора в анализируемом растворе одновременно измеряют ЭДС для стандартных растворов. Концентрацию фтора или хлора находят по градуировочному графику.

---

*) Внесено в НСАМ химико-аналитической лабораторией ВСЕГЕИ.

Фторидный электрод обладает высокой селективностью. Его мембрана практически непроницаема для большей части других ионов. Только ионы OH^-, имеющие тот же заряд, что и фторион, и близкий радиус, могут проникать через мембрану. Их влияние устраняют[3], измеряя ЭДС при pH 5-7.

Хлоридный электрод менее селективен, чем фторидный. Определению хлора с хлоридным электродом мешают ионы NO_3^-, SO_4^{2-}, PO_4^{3-}, F^-, CO_3^{2-}, Br^-; J^-, CN^-, S^{2-}, OH^-, NH_4^+, а также окислители. Оптимальная для определения хлора величина pH составляет 3.

Ионоселективные электроды реагируют только на свободные ионы фтора или хлора. При обычном способе разложения проб (обработка кислотами, сплавление с плавнями и т.п.) ионы фтора могут оказаться связанными в комплексные соединения с алюминием, торием, цирконием, железом, бериллием и некоторыми другими элементами, а ионы хлора могут образовать малорастворимые соли с серебром, свинцом, медью I, ртутью I и некоторыми другими металлами.

Фтор и хлор отделяют от мешающих их определению элементов, разлагая смешанные с V_2O_5*) пробы пирогидролизом при 1000°С в потоке перегретого водяного пара, содержащего кислород или воздух. При пирогидролизе фтор и хлор количественно отгоняются из пробы в виде HF и HCl и поглощаются в приемнике раствором гидроксида калия (гидролизат).

При пирогидролизе бо́льшая часть оксида ванадия (V_2O_5) остается в фарфоровой лодочке вместе с основной частью пробы; часть оксида ванадия сублимируется и осаждается на холодном участке кварцевой трубки, в которой ведется пирогидролиз. Небольшое количество оксида ванадия (до 20 мг), перешедшее в гидролизат, не мешает определению фтора и хлора.

Если проба содержит сульфаты, сульфиды или карбонаты, в гидролизат вместе с фтором и хлором переходит сера в виде SO_2 и углекислота. Непосредственно на определение фтора и хлора эти компоненты не влияют. Однако при содержании их более 2-3% требуется увеличить количество гидроксида калия в поглотительном растворе.

*) V_2O_5 служит катализатором.

Методика предназначена для определения 0,003-30% фтора и 0,003-10% хлора в горных породах и минералах и, кроме того, фтора во флюоритовых рудах. Ограничений по составу проб не имеется.

В табл. I приведены допустимые расхождения[4] между основными и повторными определениями фтора ($Д_{доп}$), расхождения, полученные авторами инструкции ($Д_{эксп}$), и запас точности $\left(Z = \frac{Д_{доп}}{Д_{эксп}}\right)$.

Таблица I

Допустимые расхождения ($Д_{доп}$), фактические расхождения ($Д_{эксп}$) и запас точности (Z)

Содержание, %	Фтор			Хлор
	$Д_{доп}$, отн.%	$Д_{эксп}$, отн.%	Z	$Д_{эксп}$, отн.%
20 - 29,99	-	5,9	-	-
10 - 19,99	-	7,2	-	-
5 - 9,99	-	8,8	-	8,8
2 - 4,99	18	11	1,6	11
1 - 1,99	22	14	1,6	14
0,5 - 0,99	28	17	1,6	17
0,2 - 0,499	34	22	1,6	22
0,1 - 0,199	40	25	1,6	25
0,05 - 0,099	49	29	1,7	29
0,02 - 0,049	55	35	1,6	35
0,01 - 0,019	63	41	1,5	41
0,005 - 0,0099	70	48	1,5	48
0,003 - 0,0049	75	54	1,4	54

В приложении к инструкции по внутрилабораторному контролю допустимых расхождений для определения хлора не имеется. В табл. I приведены расхождения, полученные авторами инструкции, имеющие тот же метрологический смысл, что и допустимые расхождения.

Реактивы и материалы

1. Кислота азотная $d = 1,40$*), х.ч. (ГОСТ 4461-67) и разбавленная 1:50.

2. Кислота уксусная ледяная, х.ч. (ГОСТ 61-69).

3. Гидроксид калия х.ч. (ГОСТ 4203-65), 0,1 М раствор. Навеску 5,6 г едкого калия растворяют в воде, переносят в мерную колбу на 1 л и доливают водой до метки. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

4. Ацетат натрия ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$) х.ч. (ГОСТ 199-68).

5. Нитрат калия х.ч. (ГОСТ 4217-65), 1 М раствор. Навеску 101 г нитрата калия растворяют в воде, переносят в мерную колбу на 1 л и доливают водой до метки.

6. Фторид натрия ч.д.а. (ГОСТ 4463-66). Препарат перекристаллизовывают из спиртового раствора.

7. Хлорид натрия х.ч. (ГОСТ 4233-66).

8. Оксид ванадия V_2O_5 ч.д.а. (МРТУ 6-09 6594-70).

9. Буферный раствор "А" с pH = 5,5. Служит также для поддержания общей ионной силы раствора. Навеску 250 г ацетата натрия растворяют в воде, добавляют 20 мл ледяной уксусной кислоты и 101 г нитрата калия. После растворения соли раствор переносят в мерную колбу на 1 л и доливают водой до метки.

10. Буферный раствор "Б" с pH =5,5. Готовят так же, как буферный раствор "А", но без добавления нитрата калия.

11. Стандартные растворы для определения фтора.

Раствор А. Навеску 2,2100 фторида натрия, высушенного при 150°С, помещают в мерную колбу на 1 л, растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают. В 1 мл раствора А содержится 1000 мкг фтора.

Раствор Б. В мерную колбу на 500 мл помещают 50 мл раствора А, доливают водой до метки и перемешивают. В 1 мл раствора Б содержится 100 мкг фтора.

12. Стандартные растворы для определения хлора.

Раствор А. Навеску 1,6484 г прокаленного при 500°С хлорида натрия помещают в мерную колбу на 1 л, растворяют в во-

*) d - относительная плотность.

де, доливают водой до метки и перемешивают. В I мл раствора А содержится 1000 мкг хлора.

Раствор Б. В мерную колбу на 500 мл помещают 50 мл раствора А, доливают водой до метки и перемешивают. В I мл раствора Б содержится 100 мкг хлора.

Стандартные растворы фтора и хлора пригодны в течение шести месяцев.

13. Метиловый оранжевый (ГОСТ 10816-69), 0,01%-ный водный раствор.

14. Фенолфталеин (ГОСТ 5850-51), 0,1%-ный спиртовой раствор.

Приготовление шкалы стандартных растворов

1. Для определения фтора (при этом хлор не определяют). В мерные колбы на 50 мл помещают 0; 0,1; 0,25; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 мл стандартного раствора Б (100 мкг фтора в I мл) и 2,0; 3,5; 5,0; 7,5, 10 мл стандартного раствора А (1000 мкг фтора в I мл). Прибавляют по 5 мл раствора гидроксида калия, по 5 мл буферного раствора "А", доливают водой до метки, перемешивают и переливают растворы в полиэтиленовые стаканы с крышками. Приготовленные растворы содержат 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 40,0; 70,0; 100; 150; 200 мкг фтора в I мл. Растворы пригодны в течение месяца. В помещении, где хранятся растворы, не должны работать с фтористоводородной кислотой.

2. Для определения фтора в растворе, в котором предварительно определялся хлор. В мерные колбы на 50 мл помещают такие же количества стандартных растворов фтора А и Б, как при приготовлении шкалы для определения одного только фтора. Прибавляют по 5 мл раствора гидроксида калия, по 5 мл раствора нитрата калия, по 1-2 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют разбавленной 1:50 азотной кислотой до обесцвечивания растворов. Добавляют по 1-2 капли раствора метилового оранжевого, подкисляют той же кислотой до появления красной окраски, доливают водой до метки, перемешивают и переливают растворы в полиэтиленовые стаканы с крышками. В каж-

дный стакан добавляют пипеткой (той же, которой добавляют и в анализируемые растворы) по 5 мл буферного раствора "Б" и перемешивают. Приготовленные растворы содержат те же количества фтора, что и растворы шкалы для определения только одного фтора.

3. Для определения хлора. В мерные колбы на 50 мл помещают 0; 0,1; 0,25; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 мл стандартного раствора Б (100 мкг хлора в 1 мл) и 2,0; 3,5; 5,0; 7,5; 10 мл стандартного раствора А (1000 мкг хлора в 1 мл). Прибавляют по 5 мл раствора гидроксида калия, по 5 мл раствора нитрата калия, по 1-2 капли раствора фенолфталеина и осторожно нейтрализуют разбавленной 1:50 азотной кислотой до обесцвечивания растворов. Добавляют по 1-2 капли метилового оранжевого, подкисляют той же кислотой до появления красной окраски, доливают водой до метки, перемешивают и переливают растворы в полиэтиленовые стаканы с крышками. Приготовленные растворы содержат 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 40,0; 70,0; 100; 150; 200 мкг хлора в 1 мл. Растворы готовят в день применения.

Аппаратура

1. Потенциометрическая установка. Собирают из следующих серийно выпускаемых приборов и устройств:

а) Измерительный электрод для определения фтора - фторидный селективный электрод, например марки ЭВ-1 (ТУ 48-1301-61-77);

б) Измерительный электрод для определения хлора - хлоридный селективный электрод, например марки 17-117 (ЧССР) или ЭМ-Cl-01 (СССР).

Новый электрод (фторид- или хлоридселективный) выдерживают 24 часа в растворе фторида или хлорида (соответственно) натрия, содержащем 100 мкг фтора (или хлора) в 1 мл, промывают водой и обсушивают фильтровальной бумагой. Электрод, ранее использовавшийся, но хранившийся на воздухе, перед употреблением выдерживают в том же растворе в течение 10-15 мин.

в) Электрод сравнения - хлорсеребряный электрод ЭВЛ-1М3 или каломельный электрод;

г) Термометр на 100°С;

д) Мешалка электромагнитная. Измерительный электрод, электрод сравнения и термометр укрепляют на штативе мешалки;

е) Измерительный прибор. Для измерений с точностью 1 мВ используют pH-метр или иономер любой марки; для измерений с точностью 0,1 мВ можно пользоваться несколькими приборами:

Цифровой вольтметр любой марки, имеющий высокое входное сопротивление (сотни МОм), например Щ1413, Щ4200. Автокалибровка, имеющаяся в многих цифровых вольтметрах, должна быть отключена*). Вольтметр присоединяют непосредственно к электродам;

pH-метр, к которому присоединяют цифровой вольтметр любой марки;

pH-метр, к которому присоединяют высокоомный потенциометр постоянного тока, например ППТВ-1. Измерения с этим прибором более длительны, чем с остальными.

Потенциометрическая установка должна находиться вдали от нагревательных устройств и на нее не должны падать прямые солнечные лучи.

Перед измерением потенциометрическую установку прогревают в течение 30 мин.

2. Установка для пирогидролитического разложения проб (рис.1). Испаритель, тройник и кварцевую трубку соединяют резиновыми шлангами. Для подачи кислорода или воздуха к установке присоединяют баллон с кислородом или с сжатым воздухом (на рисунке не показан).

3. Секундомер.

---

*) При автокалибровке на вход прибора (а следовательно, и на электроды) подается постоянное напряжение, которое искажает результаты измерения ЭДС.

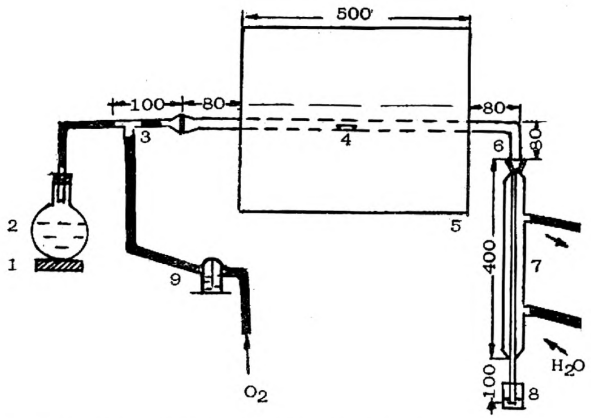


Рис.I. Установка для пирогидролитического разложения проб (размеры даны в миллиметрах).
I- электроплитка; 2- парообразователь (термостойкая колба); 3- тройник стеклянный; 4- лодочка фарфоровая (ГОСТ 66-75-93), длиной 70 мм, высотой I0 мм; 5- высокотемпературная силитовая электропечь К0-I4(ГДР) или трубчатая электропечь на I000°С; 6- трубка кварцевая с внутренним диаметром 22мм, со шлифами № I9 на концах; 7- холодильник кварцевый; 8- приемник гидролизата - стакан с крышкой на 50-I00 мл из полимерного материала (полиэтилен, фторопласт и др.); 9- склянка Тищенко с водой.

Ход анализа

I. Разложение пробы и выделение фтора и хлора*).

Навеску пробы от 0,I до 0,5 г (в зависимости от предполагаемого содержания фтора и хлора - см. табл. 2) смешивают с двукратным количеством оксида ванадия У и помещают в фарфоровую лодочку, которую с помощью крючка из жаростойкой проволоки быстро вводят в кварцевую трубку, установленную в печи, нагретой до I000°С. Немедленно присоединяют трубку, подводящую смесь пара с кислородом (или воздухом). Кислород (или воздух) подают со скоростью 4-5 пузырьков в се-

*) При разложении проб в помещении не должны работать с фтористоводородной или соляной кислотами.

кунду. Интенсивность кипения воды в испарителе устанавливают заранее с таким расчетом, чтобы к концу пирогидролиза в приемнике собралось 30-40 мл гидролизата. Фтор и хлор отгоняют в течение пяти минут, собирая гидролизат в полиэтиленовый стакан, в который предварительно наливают 5 мл раствора КОН и добавляют несколько капель раствора фенолфталеина*). Если при пирогидролизе фенофталеин обесцветится, добавляют раствор КОН до появления розовой окраски.

По окончании пирогидролиза отсоединяют трубку, подводящую смесь пара с кислородом (или воздухом), и вынимают фарфоровую лодочку из печи. Стакан с гидролизатом закрывают крышкой и разлагают следующую пробу. Так же ведут контрольный опыт на реактивах, помещая в фарфоровую лодочку только оксид ванадия У.

Перед анализом пробы, содержащей в 100-1000 раз меньше фтора, чем предыдущая проба, кварцевую трубку продувают паром в течение 2-3 мин.

2.Подготовка раствора к определению хлора.

Гидролизат переносят из стакана в мерную колбу на 50, 100 или 200 мл в зависимости от предполагаемого содержания хлора (см. табл. 2), добавляют соответственно 5,0; 10 или 20 мл раствора нитрата калия и нейтрализуют разбавленной азотной кислотой до обесцвечивания фенолфталеина. Прибавляют

Таблица 2

Навеска и разведение для разных содержаний фтора или хлора в пробе

Предполагаемое содержание,%	Навеска,г	Объем раствора, мл
5,0 - 30	0,1	200
2,0 - 5,0	0,1	100
1,0 - 2,0	0,1	50
0,5 - 1,0	0,2	50
0,005- 0,5	0,5	50

*) Конец трубки холодильника должен быть опущен в раствор.

2-3 капли раствора метилоранжевого и подкисляют той же кислотой до появления красной окраски (pH=3). Раствор доливают водой до метки, перемешивают, переливают обратно в тот же стакан и закрывают крышкой. В этом растворе определяют хлор.

3. Подготовка раствора к определению фтора

К раствору, в котором определяли хлор, добавляют пипеткой 5, I0 или 20 мл (в зависимости от объема раствора) буферного раствора "Б", перемешивают и определяют фтор. Ввиду того, что стандартные растворы подготавливают к измерению ЭДС аналогично, разбавление раствора при введении буферного раствора учитывать не требуется.

4. Подготовка раствора к определению фтора (хлор не определяют)

Если в пробах требуется определить только фтор, подготовить раствор к измерению ЭДС можно проще. Гидролизат переносят из стакана в мерную колбу на 50, I00 или 200 мл (см. табл. 2), добавляют соответственно 5,0; I0 или 20 мл буферного раствора "А", доливают водой до метки, перемешивают, переливают обратно в стакан и закрывают крышкой.

5. Измерение ЭДС

Стакан с анализируемым раствором помещают на подставку электромагнитной мешалки, опускают в раствор магнитный стержень и электроды*), присоединенные к измерительному прибору, и включают мешалку.

При определении фтора в раствор погружают оба электрода - индикаторный и электрод сравнения.

При определении хлора в анализируемый раствор погружают только индикаторный электрод: электрод сравнения погружают в насыщенный раствор нитрата калия. Оба раствора соединяют солевым мостиком - стеклянной трубкой диаметром 3-5 мм, заполненной также насыщенным раствором нитрата калия.

*) При погружении электрода в раствор на его мембране может задержаться пузырек воздуха. Для его удаления электрод вынимают и снова погружают в раствор.

После установления равновесного потенциала снимают показания прибора.

Если предполагается, что в I мл анализируемого раствора содержится I мкг и более фтора (хлора), показание прибора снимают через I мин (по секундомеру) после погружения электрода. Спустя еще одну минуту показание прибора снимают еще раз. Если показания различаются не более, чем на величину погрешности измерения (от 0,I до I,0 мВ для различных приборов), за результат измерения принимают среднее из этих показаний. Если показания различаются больше, чем на величину погрешности измерения, их повторяют до получения сходящихся результатов.

Если в растворе содержится меньше I мкг фтора (хлора), показания прибора снимают через 2-3 мин после погружения электродов в раствор или после снятия предыдущего показания.

Таким же образом измеряют ЭДС для растворов шкалы.

По окончании измерения электроды промывают водой и обсушивают фильтровальной бумагой.

6. Определение содержания фтора (хлора) в растворе

Сначала определяют содержание фтора (хлора) ориентировочно, измеряя ЭДС для растворов шкалы, затем для анализируемых растворов и сравнивая полученные значения.

Для точного определения содержания фтора (хлора) все анализируемые растворы группируют в партии, содержание фтора (хлора) в которых близки (желательно, чтобы они различались не более, чем в I0 раз). Растворы каждой партии располагают в порядке возрастания содержания фтора (хлора). В таком же порядке размещают среди них растворы шкалы. Измеряют ЭДС для всех растворов, начиная с раствора контрольного опыта. При такой последовательности измерений не требуется каждый раз обмывать электроды - достаточно обсушить их фильтровальной бумагой.

По значениям ЭДС (Е) для растворов шкалы строят градуировочный график в координатах $[E; \lg C_{ст}]$, где $C_{ст}$ - концентрация фтора (хлора) в растворах шкалы, мкг/мл. Значения $\lg C_{ст}$ для растворов шкалы приведены в табл. 3.

Таблица 3

Значения $C_{ст}$ и $\lg C_{ст}$ для растворов шкалы

$C_{ст}$, мкг/мл	$\lg C_{ст}$	$C_{ст}$, мкг/мл	$\lg C_{ст}$
0	-	20,0	I,30I
0,2	-0,699	40,0	I,602
0,5	-0,30I	70,0	I,845
I,0	0	I00	2,000
2,0	0,30I	I50	2,I76
5,0	0,699	200	2,30I
I0,0	I,00		

Стабильность положения графика периодически проверяют по нескольким растворам шкалы, содержания фтора в которых близки к содержаниям его в анализируемых растворах. Градуировочные графики, построенные в разные дни, должны иметь один и тот же угол наклона.

По этому графику находят концентрацию фтора (хлора) в анализируемых растворах. При пересчете от $\lg C$ к C пользуются клавишной вычислительной машинкой (микрокалькулятором) или таблицами логарифмов. При определении содержаний не более 5-I0% фтора (хлора) для того, чтобы не делать пересчета, можно строить графики на полулогарифмической бумаге (на такой бумаге по оси абсцисс помещается логарифмическая шкала).

7. Вычисление результатов анализа

Содержание фтора (хлора) в анализируемой пробе (C_X) рассчитывают по формуле:

$$C_X = \frac{C \cdot V \cdot I00}{H \cdot I000000} \%,$$

где: C - концентрация фтора (хлора) в анализируемом растворе, найденная по графику, мкг/мл;
V - объем анализируемого раствора, мл;
H - навеска пробы, г.

Для контроля правильности определений рекомендуется с каждой партией проб анализировать стандартный или контрольный образец.

Литература

I. Бебешко Г.И., Розе В.П., Хализова В.А. Прямое потенциометрическое определение фтора с фторселективным электродом в минеральном сырье различного состава. Ж. анал.химии, 1979, 34, № 3,507-510.

2. Бебешко Г.И., Хализова В.А. Определение фтора во флюоритсодержащем сырье с фторселективным электродом. Зав.лаб., 1979, 45, № 3,203-205.

3. Дарст Р. Ионоселективные электроды. "Мир", М., 1972.

4. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ. М., ВИМС, 1975.

5. Никольский Б.П., Матерова Е А. Ионоселективные электроды. "Химия", Л., 1980.

6. Фотометрический метод определения фтора в горных породах, минералах и растворах по реакции образования ализаринкомплексоната фторида церия. Инструкция НСАМ № 139-Х, М., ВИМС, 1976.

Изъятые из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52-Х № 53-Х	№ 103-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
№ 78-Х	№ 174-Х
№ 102-С	№ 177-С

Инструкция № 193-Х

Заказ № 28. Л-85743. Подписано к печати 11/Ш-82г.
Объем 1,0 уч.-изд.л. Тираж 1000

Ротапринт ОЭП ВИМСа

"УТВЕРЖДАЮ"
Начальник управления научно-исследовательских организаций Мингео СССР, член коллегии
25 декабря 1974 г. Н.П.ЛАВЕРОВ

ВНЕСЕНО
Научным советом по аналитическим методам
I.XII.1974 г.

К Л А С С И Ф И К А Ц И Я
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, регламентируемого инструкцией внутрилабораторного контроля[x] (см. Приложение)	0,33
II	Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,I%, должна лежать в интервале 99,5±I,50%	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,0I%, должна лежать в интервале 99,9±I,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	I
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,I%, должна лежать в интервале 99,5±0,80%	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,0I%, должна лежать в интервале 99,9±0,80%	
III	Анализ рядовых проб	Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
IУ	Анализ технологических продуктов	Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	I-2
У	Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
УI	Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
УII	Полуколичественный анализ		Воспроизводимость определения 4-I0 цифр (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68%
УIII	Качественный анализ		Точность определения не нормируется

Точность анализа повышается

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

gost.e-ecolog.ru