

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



Научный совет по аналитическим
методам

Спектральные методы

Инструкция № 162-С

ЗОЛОТО И СЕРЕБРО

Москва
1979

Выписка из приказа Министра геологии № 496 от 29 октября 1978 г.

4. При выполнении анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами и Научным советом по аналитическим методам.

воспроизводимость и правильность результатов анализа руд и горных пород оценивается согласно Методическим указаниям ИСАМ "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

Спектральные методы
Инструкция № 162-С

ПРОБИРНО-АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
МАЛЫХ СОДЕРЖАНИЙ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА
В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)

Москва, 1979

В соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29 октября 1976 г. инструкция № 162-С рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам для анализа рядовых проб - III категория

(Протокол № 31 от 1 февраля 1978 г.)

Председатель НСАМ

Г.В.Остроумов

Председатель секции
спектральных методов

О.Д.Ставров

Ученый секретарь

Р.С.Фридман

Инструкция № 162-С рассмотрена в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 31 от 1 февраля 1978 г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с I.YI.79.

ПРОБИРНО-АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАЛЫХ СОДЕРЖАНИЙ ЗОЛОТА И СЕРЕБРА В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ^{х)}

Сущность метода

Разработанный Н.Л.Фишковой, Э.П.Здоровой и Н.Н.Поповой пробирно-атомно-абсорбционный метод определения золота и серебра в минеральном сырье^б заключается в пробирном концентрировании благородных металлов в свинцовом сплаве, растворении сплава в кислотах и определении в растворе золота и серебра атомно-абсорбционным методом.

А. Пробирное концентрирование

Пробирное концентрирование состоит из тигельной плавки (восстановительно-окислительный процесс) и неполного купелирования (окислительный процесс).

Тигельная плавка основана на физико-химических процессах, происходящих при плавлении пробы анализируемого вещества с шихтой, в состав которой входит коллектор (свинец), флюсы (кислые и основные) и восстановитель (крахмал, декстрин и т.п.). В процессе плавки свинец восстанавливается до металла и растворяет частицы благородных металлов. При этом получают два продукта: свинцовый сплав и шлак. Подбирают шихту такого состава, чтобы получить легкоплавкий шлак с малой вязкостью, который не препятствовал бы свинцовому сплаву собраться на дне тигля. Режим тигельной плавки, а также состав шихты зависят от характера анализируемого материала. Поэтому все пробы, поступающие на анализ, разбивают на следующие четыре класса:

х)

Внесена в НСАМ стделом физико-химических методов анализа ЦНИГРИ.

I класс — золотосодержащие руды, не обладающие ни восстановительной, ни окислительной способностью (кварцевые, силикатные, карбонатные, глинистые):

II класс — руды, проявляющие восстановительную способность (содержащие сульфиды, арсениды, антимониды, теллуриды, органические вещества и т.п.):

III класс — руды, обладающие высокой окислительной способностью: они содержат высшие окислы железа (Fe_2O_3 , Fe_3O_4) и марганца (MnO_2):

IV класс — руды, в состав которых входят значительные количества компонентов, затрудняющих плавку (сера, сурьма, мышьяк, теллур, медь, никель, кобальт, висмут, цинк и др.); при высоких содержаниях этих элементов возможно образование наряду со свинцовым оплавом и даже вместо него штейна и шпейзы^х, содержащих часть благородных металлов.

Для отделения благородных металлов от свинца свинцовый сплав купелируют на магнезито-цементных капелях при 870–950°C. При этом свинец взаимодействует с кислородом воздуха и переходит в оксид (глет). Расплавленный глет энергично окисляет все металлы, находящиеся в сплаве, кроме благородных, до окислов, растворяет эти окислы и впитывается вместе с ними в пористый материал капелей. Небольшая часть глета испаряется. Из практики пробирного анализа известно, что в конце купелирования, когда из свинцового королька удаляются остатки свинца и образуется королек из благородных металлов, возможна существенная потеря благородных металлов. Во избежание этого купелирование ведут не до конца (до полного отделения свинца), а до того момента, когда на капели останется королек свинца весом 0,5–2,0 г. При таком неполном купелировании неблагородные металлы удаляются почти полностью, а золото и серебро концентрируются в свинцовом корольке.

Б. Атомно-абсорбционный анализ свинцового королька

Свинцовый королек обрабатывают азотной кислотой (растворяется свинец и серебро) и в полученном растворе определяют серебро атомно-абсорбционным методом. Нерастворившийся оста-

^х Штейн — сплав сульфидов меди и железа; шпейза — сплав арсенидов или антимонидов меди и свинца.

ток растворяют в смеси азотной и соляной кислот и в полученном растворе определяют золото, а также остаточное количество серебра. Малые содержания золота (менее 1 мкг в мл) определяют после предварительной экстракции его изоамиловым спиртом.

Атомную абсорбцию золота и серебра измеряют на любом атомно-абсорбционном спектрофотометре промышленного изготовления по наиболее чувствительным резонансным линиям — Au 242,8 нм и Ag 328,1 нм. В качестве атомизатора используют пламена пропан-бутан-воздух или ацетилен-воздух, а в качестве источника резонансного излучения — лампы с полым катодом. Анализ выполняют по методу трех эталонов.

Методика предназначена для определения золота при его содержании от 0,01 до 2,0 г/т ($1 \cdot 10^{-6}$ — $2 \cdot 10^{-4}\%$) и серебра при его содержании от 0,1 до 20 г/т ($1 \cdot 10^{-5}$ — $2 \cdot 10^{-3}\%$) в минеральном сырье.

Ввиду того, что золото часто бывает распределено в пробах неравномерно, анализируют не менее двух параллельных навесок, отобранных путем квартования анализируемого материала. Результаты параллельных определений не усредняют.

Погрешность определения серебра при содержании от 0,00002 до 0,002% укладывается в допустимые расхождения (табл. 1). Для содержаний золота менее 0,0005% допустимые расхождения отсутствуют. В табл. 2 и 3 приведены фактические расхождения между повторными определениями золота и серебра (по данным авторов инструкции) для всех определяемых содержаний.

Таблица 1
Допустимые расхождения при определении серебра²

Содержание серебра, % (и г/т)	Допустимые расхождения (Д. доп.) отн. %
0.0010 — 0.0049 (10—49 г/т)	42
0.0002 — 0.00099 (2—9.9 г/т)	56
0.00005 — 0.00019 (0.5—1.9 г/т)	71
0.00001 — 0.000049 (0.1—0.49 г/т)	85

Таблица 2

Расхождения между повторными определениями серебра по данным авторов

Содержание серебра, ‰ (и г/т)	Фактические расхождения (Д _{эксп.}), отн. ‰	Запас точности (Д _{доп./Д_{эксп.}})
0.0010 - 0.0019 (10-19 г/т)	34	1.2
0.0005 - 0.00099 (5-9.9 г/т)	42	1.3
0.0002 - 0.00049 (2-4.9 г/т)	42	1.3
0.0001 - 0.00019 (1-1.9 г/т)	42	1.7
0.00005 - 0.000099 (0.5-0.99 г/т)	70	1.0
0.00002 - 0.000049 (0.2-0.49 г/т)	70	1.2

Таблица 3

Расхождения между повторными определениями золота по данным авторов

Содержание золота, ‰ (и г/т)	Фактические расхождения (Д _{эксп.}), отн. ‰	
	частицы золота менее 0.1мм	частицы золота 0.1-0.5мм
0.0001-0.00019 (1.0-1.9 г/т)	28	56
0.00005-0.000099 (0.5-0.99 г/т)		
0.00002-0.000049 (0.2-0.49 г/т)		
0.00001-0.000019 (0.1-0.19 г/т)	42	78
0.000005-0.0000099 (0.05-0.099 г/т)	70	85
0.000002-0.0000049 (0.02-0.049 г/т)		
0.000001-0.0000019 (0.01-0.019 г/т)	84	95

Так как золото выделяется в виде почти чистого раствора, влияние основных и сопутствующих элементов пробы на результат определения исключается.

Присутствие в растворе свинца в количестве до 40 мг в 1 мл (что соответствует свинцовому сплаву весом до 4.0 г) не мешает определению серебра.

Реактивы и материалы

а) Для пробного концентрирования

1. Калий азотнокислый (селитра), техн.
2. Натрий тетраборнокислый, безводный (бура), техн.
3. Натрий углекислый, безводный (сода кальцинированная), техн.
4. Свинец уксуснокислый, х.ч.
5. Окись свинца (глет), техн.
6. Крахмал техн. или декстрин.
7. Стекло оконное, измельченное.

б) Для атомно-абсорбционного определения

1. Кислота азотная $d_{4} 1,40^x$) и разбавленная 1:3.
2. Кислота соляная $d_{15} 1,19$ и разбавленная 1:9.
3. Ртуть азотнокислая ч.д.а., 5%-ный раствор.
4. Изоамиловый спирт, ч.д.а.
5. Смесь азотной и соляной кислот (царская водка). Смешивают 1 часть азотной и 3 части соляной кислот. Готовят перед употреблением.

6. Исходный эталонный раствор золота. Навеску 0,1000 г чистого золота (99,99%) растворяют при нагревании в 20 мл царской водки, переносят в мерную колбу на 500 мл, доливают соляной кислотой 1:1 до метки и перемешивают. В 1 мл раствора содержится 200 мкг золота. Раствор хранят в темноте.

7. Эталонные растворы для определения золота без экстракционного концентрирования. В мерные колбы на 200 мл помещают 1; 2; 5 и 10 мл исходного эталонного раствора, доливают до метки соляной кислотой 1:9 и перемешивают. Полученные растворы содержат 1; 2; 5 и 10 мкг золота в 1 мл. Растворы хранят в темноте не более двух недель.

8. Эталонные растворы для определения золота с экстракционным концентрированием. В мерные колбы на 100 мл помещают 0,5; 1; 2 и 5 мл эталонного раствора золота, содержащего 10 мкг в 1 мл, и доливают до метки соляной кислотой 1:9. Приготовленные растворы, содержащие 0,05; 0,1; 0,2 и 0,5 мкг золота в 1 мл, переносят в колбы с притертыми пробками емкостью 250 мл. В каждую колбу приливают 10 мл изоамилового спирта,

x) d — относительная плотность.

встряхивают в течение одной минуты и снова переносят обратно в мерные колбы на 100 мл. После расслоения фаз верхний органический слой расплывают в пламя. Эталонные растворы (экстракты) пригодны для работы в течение пяти дней.

9. Исходный эталонный раствор серебра. Навеску 0,100 г чистого серебра (99,99%) растворяют при нагревании в 10 мл азотной кислоты 1:1, приливают 20 мл воды и 80–100 мл соляной кислоты с 1,19 (до полного растворения образующегося осадка хлорида серебра). Раствор переносят в мерную колбу на 500 мл, доливают до метки соляной кислотой 1:1 и перемешивают. В 1 мл раствора содержится 200 мкг серебра.

10. Эталонные растворы для определения серебра. Мерные колбы на 200 мл ополаскивают соляной кислотой 1:4, помещают в них 0,2; 0,5; 1; 2 и 4 мл исходного эталонного раствора серебра, доливают до метки соляной кислотой 1:4 и перемешивают. Полученные растворы содержат 0,2; 0,5; 1; 2 и 4 мкг серебра в 1 мл. Растворы устойчивы в течение двух месяцев.

Аппаратура и принадлежности

а) Для пробирного концентрирования

1. Шахтная или камерная тигельная печь для плавления при температуре до 1200°С.
2. Камерная или муфельная печь для плавления на капелях при температуре до 1000°С.
3. Весы технические.
4. Весы микроаналитические ВМ-1-1 г
5. Наковальня металлическая для отбивания шлака.
6. Изложницы металлические конусные.
7. Тигли шамотные емкостью 700 мл.
8. Капели магнетито-цементные⁵.

б) Для атомно-абсорбционного анализа

1. Атомно-абсорбционный спектрофотометр в комплекте.
2. Спектральные лампы с полым катодом, излучающие спектрны золота и серебра.
3. Баллон с газовой смесью пропан-бутан или с ацетиленом.

Ход анализа^{х)}

Для плавки руд I класса используют шихту приблизительно следующего состава (для навески 50 г):

сода - 80 г;
бура - 20 г;
глет - 50 г;
крахмал- 2-4 г.

Свинцовый глет, применяемый в пробирном анализе, часто содержит заметные количества золота и серебра. Поэтому при определении золота менее 0.05 г/г и серебра менее 1 г/г в рудах I класса вместо глета используют уксуснокислый свинец.

Для плавки руд II класса применяют один из следующих способов плавки: а) с селитрой и избытком глета; б) с железом (осадительная плавка).

Руды, содержащие сульфиды, плавят с селитрой и избытком глета. Рекомендуется следующий состав шихты (для навески 25 г):

сода - 35 г;
бура - 5,0 г;
глет - 70 г;
кварц^{хх)} - 5,0 г;
селитра - 2-10 г.

Руды, содержащие очень большие количества сульфидов (сплошные полиметаллические сульфидные руды, сплошные колчеданные руды и т.п.), подвергают осадительной плавке с железом (обычно используют железные гвозди диаметром 3-5 мм и длиной 10-15 см). При этом количество глета уменьшают до 30 г. Количество флюсов в шихте также может быть изменено в зависимости от химического состава образцов.

Пробы руд с низким содержанием благородных металлов и высоким содержанием органических веществ или сульфидов подвергают предварительному обжигу, который позволяет удалить серу.

х) Метод пробирного анализа изложен здесь очень кратко, так как он достаточно сложен и требует соблюдения многих условий, описанных в специальных руководствах^{3,4,5}.

хх) Измельченное оконное стекло.

мышьяк, часть сурьмы. Затем пробу плавят как руду I или III класса.

Для плавки руд III класса (обладающих окислительной способностью) используют шихту с увеличенным до 5-20 г количеством восстановителя (крахмала). Остальные составляющие шихты также могут быть изменены соответственно минеральному составу пробы.

Наибольшие затруднения вызывает плавка руд IV класса (содержащих мешающие элементы). В этом случае используют предварительный обжиг или кислотную обработку, после чего пробу плавят как руду I или II класса.

1. Подготовка проб

Навеску 200-400 г измельченной (100-200 меш) пробы тщательно перемешивают перекачиванием, разравнивают стеклинной палочкой в слой формы круга толщиной 5-10 мм и делят на квадраты со сторонами 20-30 мм. Отбирают из квадратов в шахматном порядке методом вычерпывания навеску 25-100 г. Вторую такую же навеску отбирают из остальных квадратов. Каждую навеску тщательно перемешивают с шихтой вручную или механически.

2. Тигельная плавка^{х)}

Подготовленную смесь всыпают в бумажный пакет. Ёмкость, в которой перемешивалась проба с шихтой, очищают небольшим количеством смеси соды и буры в соотношении 2:1. Этой же смесью затем покрывают смесь пробы с шихтой в бумажном пакете. Пробу помещают в разогретый шамотный тигель и плавят в печи в течение 60-80 мин. при 1100-1150⁰С. Расплавленную массу переливают в металлическую изложницу. Остывший свинцовый сплав отбивают от шлака, куют молотком на наковальне, придавая ему форму куба, и взвешивают. Выход свинцового сплава должен составлять 30-40 г. Такой вес, а также хорошая ковкость сплава показывают, что плавка проведена правильно.

^{х)} Описание плавки дано для руды I класса.

3. Купелирование

Свинцовый сплав помещают на разогретую магнезито-цементную капель и устанавливают в печь, нагретую до $870-950^{\circ}\text{C}$, на 30-40 минут. Купелирование ведут до получения свинцового королька диаметром 5-6 мм, после чего капель с расплавом осторожно вынимают из печи и для того, чтобы приостановить улетучивание свинцового сплава, накрывают опрокинутой холодной капелью. Королёк взвешивают. Вес королька должен составлять 0,5-2,0 г.

Для холостого опыта плавят две-три навески шихты того же состава и веса, что и для плавки проб. Полученный свинцовый сплав купелируют также до 0,5-2,0 г.

4. Растворение королька и подготовка раствора к измерению

Свинцовый королёк помещают в стакан емкостью 150 мл, приливают 1 мл 5%-ного раствора азотнокислой ртути во избежание возможного выпадения в осадок хлорида серебра^{х)} и 15-20 мл азотной кислоты 1:3. Стакан покрывают часовым стеклом и осторожно нагревают на плитке до растворения королька. Остывший раствор фильтруют (фильтр с синей лентой) в мерную колбу на 100 мл. Если при растворении образовался шарик ртути, его переносят на фильтр, стакан обмывают водой и промывают фильтр. Раствор доливают до метки водой и тщательно перемешивают. В этом растворе (раствор I) определяют серебро.

Фильтр с нерастворившимся остатком (а иногда и с шариком ртути) переносят обратно в стакан, в котором растворяли королёк, приливают 10-12 мл свежеприготовленной царской водки и нагревают в течение 30-40 минут. Стенки стакана обмывают соляной кислотой 1:9 (10 мл), фильтруют раствор в мерную колбу на 50 мл, доливают до метки соляной кислотой 1:9 и перемешивают. В этом растворе (раствор II) определяют золото и остаточное количество серебра. Если предполагается, что содержание золота в растворе II превышает 0,5 мкг в 1 мл, его определяют непосредственно в этом растворе. Если предпола-

^{х)} Если определяют только золото, азотнокислую ртуть не добавляют.

гаемое содержание золота в растворе II меньше 0,5 мкг/мл, его предварительно экстрагируют. Для этого раствор^х после определения остаточного количества серебра помещают в колбу с притертой пробкой емкостью 200–250 мл, добавляют 5 мл изоамилового спирта, встряхивают в течение одной минуты, переваливают обратно в мерную колбу на 50 мл и после расслоения фаз определяют золото, расплывая верхний органический слой в пламя.

5. Атомно-абсорбционное определение золота и серебра

Атомную абсорбцию золота и серебра измеряют в условиях, указанных в инструкции к используемому атомно-абсорбционному спектрофотометру и в паспортах спектральных ламп с полым катодом.

При анализе больших партий проб эталонные растворы фотометрируют через каждые 20–30 минут.

Для одного определения делают подряд не менее трех измерений, результаты которых усредняют. С помощью эталонных растворов, которых должно быть не менее трех, строят градуировочные графики в координатах [А; С], где А – атомная абсорбция, С – содержание золота (серебра) в растворе. Графики должны быть прямолинейными. По графикам определяют содержание золота и серебра в анализируемых растворах.

6. Вычисление результатов анализа

Содержание серебра в исходной навеске рассчитывают по формуле:

$$C_{Ag} = \frac{(C_I \cdot V_I + C_{II} \cdot V_{II}) - C_X \cdot V_X}{H} \text{ мкг/г или г/т,}$$

где C_I , C_{II} – содержание серебра в I и II растворах, мкг/мл;

V_I , V_{II} – объемы I и II растворов, мл;

C_X – среднее содержание серебра в растворах холостых проб, мкг/мл;

V_X – объем раствора холостой пробы, мл;

H – исходная навеска, г.

^хЧасть раствора (1–2 мл), использованной для определения остаточного количества серебра, пренебрегают.

Содержание золота в исходной навеске рассчитывают по формуле:

$$C_{Au} = \frac{C \cdot V - C_x V_x}{H} \text{ мкг/г или г/т,}$$

где C_{Au} — содержание золота в анализируемом растворе, мкг/мл;

C_x — среднее содержание золота в растворах холостых проб, мкг/мл;

V — объем раствора, мл;

V_x — объем раствора холостой пробы, мл;

H — исходная навеска, г.

Результаты определения золота и серебра в двух параллельных навесках не усредняют.

Техника безопасности

При плавке проб и работе с высокой температурой, высоким напряжением и горючим газом необходимо строго соблюдать меры безопасности, предусмотренные специальной инструкцией¹, а также описанные в руководстве по пробоотбиранию и анализу благородных металлов⁵.

При всех химических операциях следует придерживаться общих правил работы в химических лабораториях.

Литература

1. Инструкция по технике безопасности при лабораторных работах. Изд.ВИЭМС, М., 1976.

2. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания ИСАМ. М., ВИМС. 1975.

3. Мостович В.Я. Пробирное искусство. М., Цветметиздат, 1932.

4. Плаксин И.Н. Опробование и пробирный анализ. М., Металлургиздат, 1947.

5. Пробоотбирание и анализ благородных металлов. Под ред. И.Ф.Барышникова. М., "Металлургия". 1978.

6. Фишкова И.М., Здорова Э.П., Попова Н.Н. Определение низких содержаний золота и серебра в минеральном сырье пробоотбирно-атомно-абсорбционным методом. Ж.аналит.химии, 1975. 30, № 4. 806.

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

Заказ № 38. Л-100735. 26/УП-79 г.
 Объем 0,7 уч.-изд.л. Тираж 650.
 Ротапринт ОЭП ВЛЗса

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

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

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
К о л л е к т и в н ы й а н а л и з	I Особо точный анализ	Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения, регламентируемого инструкцией внутривлабораторного контроля (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 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 1,50\%$	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 1,50\%$	
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения	0,33
	III Анализ рядовых проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения		I	
IV Анализ технологических продуктов	Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 0,80\%$		
	Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 0,80\%$		
V Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	I-2	
VI Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5	
VII Полуколичественный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2	
VIII Качественный анализ		Воспроизводимость определения 4-10 цифр (интервалов) на один порядок содержания с доверительной вероятностью 68%	
		Точность определения не нормируется	

*) См. Методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", И. ВМС, 1975 г.