ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59581— 2021

РУДЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ КРАНДАЛЛИТ-МОНАЦИТОВОГО ТИПА ТОВАРНЫЕ НЕОБОГАЩЕННЫЕ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья имени Н. М. Федоровского» (ФГБУ «ВИМС») и Обществом с ограниченной ответственностью «Восток Инжиниринг» (ООО «Восток Инжиниринг»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 372 «Редкие и редкоземельные металлы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июня 2021 г. № 604-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Технические требования 3
5 Требования безопасности и охраны окружающей среды 4
6 Правила приемки 5
7 Методы испытаний 6
7.1 Отбор и подготовка проб 6
7.2 Определение полезных компонентов и примесей атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) и масс-спектральным с индуктивно связанной плазмой (МС-ИСП) методами 6
7.3 Определение полезных компонентов и примесей рентгенофлуоресцентным (РФА) методом анализа 19
7.4 Определение массовой доли влаги 24
7.5 Определение максимальной крупности кусков 25
7.6 Определение эффективной удельной активности радионуклидов 25
8 Транспортирование и хранение 26
9 Гарантии изготовителя 27
Приложение А (обязательное) Характеристики погрешности АЭС-ИСП, МС-ИСП и РФА методов измерений 28
Приложение Б (обязательное) Приготовление раствора внутреннего стандарта индия, вспомогательного раствора для разбавления и градуировочных растворов для измерений АЭС-ИСП методом 34
Приложение В (обязательное) Приготовление растворов внутреннего стандарта цезия и градуировочных растворов для измерений МС-ИСП методом 39
Приложение Г (справочное) Приготовление вспомогательных растворов для учета полиатомных интерференций 41
Приложение Д (обязательное) Аналитические линии определяемых и неопределяемых элементов РФА методом и условия измерения их интенсивностей 42
Приложение Е (обязательное) Спектральные положения пиков аналитических линий определяемых и неопределяемых элементов (X^i), пика стандарта-фона *Rh Kβ-C* и фоновых точек (фон 1 $X^i_{ф1}$ и фон 2 $X^i_{ф2}$), коэффициенты F^i_1 и F^i_2 для расчета интенсивности фона на линии $I^i_ф$ 44
Приложение Ж (обязательное) Значения величин энергии аналитических линий определяемых и мешающих элементов и их краев поглощения в кэВ для учета селективных эффектов взаимного влияния элементов друг на друга 46
Библиография 48

Введение

Руды редких металлов крандаллит-монацитового и пирохлор-монацит-крандаллитового типа сосредоточены в основном на одном из крупнейших в мире Томторском месторождении в Республике Саха (Якутия). Рудными минералами, содержащими промышленно ценные элементы, являются минералы группы крандаллита, монацит, пирохлор, ксенотим. Уникально высокие содержания ниобия и редких элементов позволяют использовать руду в качестве «природного концентрата», без дополнительного первичного обогащения.

Требования настоящего стандарта направлены на нормативное обеспечение деятельности предприятий при производстве и реализации продукции (необогащенной руды крандаллит-монацитового и пирохлор-монацит-крандаллитового типа, являющейся добытым полезным ископаемым), первой по своему качеству продукции, соответствующей настоящему стандарту.

ОКС 73.060

Поправка к ГОСТ Р 59581—2021 Руды редких металлов крандаллит-монацитового типа товарные необогащенные. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Нормативные ссылки	ГОСТ 12.1.007—70	ГОСТ 12.1.007—76

(ИУС № 11 2021 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РУДЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ КРАНДАЛЛИТ-МОНАЦИТОВОГО ТИПА ТОВАРНЫЕ НЕОБОГАЩЕННЫЕ

Технические условия

Saleable non-enriched rare metal ores of crandallite-monazite type. Specifications

Дата введения — 2021—11—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на руды редких металлов крандаллит-монацитового и пирохлор-монацит-крандаллитового типа товарные необогащенные, являющиеся добытым полезным ископаемым — первой по своим техническим требованиям продукцией предприятий горнодобывающей промышленности, подвергнутой дроблению и сушке, предназначенной для производства химических соединений редких металлов или группы таких металлов.

1.2 Настоящий стандарт устанавливает технические требования к показателям качества руд, правила приемки, методы испытаний, требования к ее транспортированию и хранению.

1.3 Положения настоящего стандарта могут применяться при разработке стандартов организаций и (или) технических условий (ТУ) на руды редких металлов крандаллит-монацитового и пирохлор-монацит-крандаллитового типа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—70 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.009 Система стандартов безопасности труда. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4199 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 8984 Силикагель-индикатор. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10779 Спирт поливиниловый. Технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 21400 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 23350 Часы наручные и карманные электронные. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29298 Ткани хлопчатобумажные и смешанные бытовые. Общие технические условия

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

СТ СЭВ 543 Числа. Правила записи и округления

ГОСТ Р 51568 (ИСО 3310-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

ГОСТ Р 52361 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

СП 2.2.3670-20 Санитарно-эпидемиологические требования к условиям труда

СП 2.6.1.2612-10 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ 99/2010)

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (сводов правил) в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный документ, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого документа с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 52361, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **минеральное сырье:** Полезное ископаемое, не прошедшее полный комплекс технологических операций, для которого не проведена классификация.

3.2 **руда редких металлов товарная необогащенная:** Добытое полезное ископаемое, являющееся первой по своему качеству продукцией для предприятий горнодобывающей промышленности, подвергнутое дроблению, сушке и соответствующее по физико-химическим показателям требованиям, приведенным в таблицах 1 и 2 настоящего стандарта.

3.3 **сумма оксидов редкоземельных элементов (ΣTR_2O_3):** Нормируемый физико-химический показатель руд редких металлов.

Примечание — Показатель включает сумму массовых долей следующих элементов в пересчете на оксид TR_2O_3: лантан, церий, празеодим, неодим, самарий, европий, гадолиний, тербий, диспрозий, гольмий, эрбий, тулий, иттербий, лютеций, иттрий.

3.4 **показатели качества поставляемой партии:** Значения нормируемых физико-химических показателей руды, полученные по результатам испытаний одной или нескольких контролируемых партий, рассчитанные как взвешенное среднеарифметическое значение по каждому показателю.

4 Технические требования

4.1 Руда редких металлов товарная необогащенная должна быть добыта в соответствии с техническим проектом разработки месторождения и соответствовать требованиям настоящего стандарта.

4.2 Для отнесения минерального сырья к руде редких металлов товарной необогащенной крандаллит-монацитового и пирохлор-монацит-крандаллитового типа сырье должно соответствовать показателям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 — Показатели минерального сырья для его отнесения к руде редких металлов товарной необогащенной

Тип руды	Наименование показателя	Значение показателя	Номер пункта методов испытаний
Крандаллит-монацитовый, пирохлор-монацит-крандаллитовый	Массовая доля пентаоксида ниобия (Nb_2O_5), %, не менее	1,0	7.2, 7.3
	Массовая доля суммы оксида железа (III) и оксида марганца $\Sigma(Fe_2O_3+MnO)$, %, не более	30	7.2, 7.3
	Массовая доля оксида кальция (CaO), %, не более	15	7.2
	Массовая доля оксида фосфора (P_2O_5), %, не более	25	7.2
Примечание — Нормы по показателям лимитирующих значений компонентов приведены в пересчете на сухое вещество (пробу руды), высушенное при температуре (105 ± 5) °С. Допускается расчетный метод приведения результатов испытаний на сухое вещество (пробу руды) при одновременном проведении химического анализа исходной пробы и определении влаги при температуре (105 ± 5) °С.			

4.3 Руды редких металлов крандаллит-монацитового, пирохлор-монацит-крандаллитового типа характеризуются слоистым сложением, участками проявляется микробрекчирование и массивная текстура. Строение большей частью метаколлоидное. Руды обладают высоким содержанием породообразующих минералов (каолинита и сидерита), редкоземельные минералы представлены крандаллитом и монацитом, а редкометалльные — пирохлором. Особенностью руды крандаллит-монацитового, пирохлор-монацит-крандаллитового типа является ее природная радиоактивность (содержит природные радионуклиды рядов урана и тория).

4.4 По физико-химическим показателям руда редких металлов товарная необогащенная должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Нормируемые физико-химические показатели руды редких металлов товарной необогащенной

Вид показателя	Наименование показателя	Значение показателя	Номер пункта методов испытаний
Полезные компоненты	Массовая доля пентаоксида ниобия (Nb_2O_5), %, не менее	1,0	7.2, 7.3
	Массовая доля суммы оксидов редкоземельных элементов (ΣTR_2O_3), %, не менее	1,0	7.2, 7.3
Влажность руды	Массовая доля влаги, %, не более	10	7.4
Крупность руды	Максимальная крупность кусков, мм, не более	75	7.5
Примечания 1 Нормы по показателям лимитирующих значений компонентов приведены в пересчете на сухое вещество (пробу руды), высушенное при температуре (105 ± 5) °С. Допускается расчетный метод приведения результатов испытаний на сухое вещество (пробу руды) при одновременном проведении химического анализа исходной пробы и определении влаги при температуре (105 ± 5) °С. 2 Содержание оксида скандия (Sc_2O_3) не нормируется, так как он неравномерно распределен в пределах месторождения. Допускается приводить в документе о качестве сведения о содержании оксида скандия (Sc_2O_3) при наличии такого требования в договоре поставки. В этом случае определение массовой доли оксида скандия проводят по 7.2, 7.3.			

4.5 В качестве основного метода испытаний продукции на химические показатели, приведенные в таблице 2, используется рентгенофлуоресцентный метод согласно 7.3. Методы АЭС-ИСП, МС-ИСП (7.2) используют в качестве контрольных и арбитражных.

4.6 При анализе руд редких металлов допускается применять другие методы анализа, обеспечивающие достоверность результатов измерений. Применяемые методики измерений должны быть аттестованы.

4.7 При разногласиях в оценке качества продукции анализ проводят методами, указанными в 7.2, с применением средств измерений, оборудования и реактивов, предусмотренных этими методами, в том числе в согласованной сторонами лаборатории, аккредитованной в национальной системе аккредитации.

4.8 Допускаемые отклонения массовых долей общего пентаоксида ниобия (Nb_2O_5) и суммы оксидов редкоземельных металлов (ΣTR_2O_3) в поставляемой партии руды не должны превышать норм погрешности, установленных в приложении А.

5 Требования безопасности и охраны окружающей среды

5.1 В соответствии с 5.1 [1] руды редких металлов относятся к минеральному сырью с повышенным содержанием природных радионуклидов, поскольку эффективная удельная активность природных радионуклидов в них может быть выше 740 Бк/кг.

Классификация руды редких металлов, как минерального сырья с повышенным содержанием природных радионуклидов, производится согласно 5.3.4 [2] и разделу V [1].

5.2 Обеспечение радиационной безопасности при обращении с такими рудами осуществляется согласно 3.1, 3.2, 3.4, разделу V [1], разделу IV, V, VII [2], разделу 5.2 СП 2.6.1.2612-10.

5.3 В организациях, осуществляющих работы с рудами редких металлов, содержащих природные радионуклиды, должен проводиться радиационный контроль, который является составной частью производственного. Порядок проведения контроля радиационной безопасности определяется для каждой организации с учетом особенностей и условий выполняемых ею работ.

5.4 Обращение с рудами редких металлов с величиной эффективной удельной активности природных радионуклидов менее 740 Бк/кг (I класс минерального сырья) в производственных условиях осуществляется без ограничений по радиационному фактору в соответствии с разделом 5 [1].

5.5 В соответствии с требованиями 3.1.1 и 3.1.2 [1], в организациях, осуществляющих работы с рудой с удельной эффективной активностью Аэфф более 740 Бк/кг, эффективная годовая доза облучения работников за счет природных источников ионизирующего излучения в производственных условиях не должна превышать 5 мЗв/год. В случае превышения дозы облучения 5 мЗв/год должны приниматься меры по снижению доз облучения работников ниже этого уровня или рассматриваться вопрос о прекращении (приостановке) работ.

В случаях, когда экономически обоснованные защитные мероприятия по радиационной безопасности не позволяют обеспечить на отдельных рабочих местах защиту работников от облучения в дозе, не превышающей 5 мЗв/год, допускается отнесение соответствующих работников по условиям труда к персоналу группы А согласно [2]. Список лиц, отнесенных к персоналу группы А, утверждает администрация организации, на них распространяются установленные требования [2]. О принятом решении администрация организации информирует органы, осуществляющие государственный санитарно-эпидемиологический надзор.

5.6 Каждой поставляемой партии руды редких металлов должна быть дана радиационно-гигиеническая оценка, по результатам которой устанавливается порядок обращения с рудой в производственных условиях в соответствии с 5.3.4 [2], разделом V [1] и требования к транспортированию согласно 5.5 [1] и [3].

5.7 Руда редких металлов пожаровзрывобезопасна, не содержит и не образует токсичных и пожаровзрывоопасных соединений в воздушной среде и сточных водах.

5.8 В процессе добычи руда редких металлов поступает в воздух рабочей зоны в виде пыли. Пыль руды редких металлов поступает в организм через органы дыхания и может вызвать раздражение верхних дыхательных путей, а также внутреннее облучение за счет ингаляционного поступления радионуклидов с производственной пылью.

5.9 Предельно допустимая концентрация (ПДК) пыли руды редких металлов в воздухе рабочей зоны среднесменная составляет 5 мг/м^3 (по диоксиду церия) в соответствии с 2.1 [4]. По степени воздействия на организм человека руда редких металлов относится к 3-му классу опасности (умеренно опасные) по ГОСТ 12.1.007—70 (пункт 1.2).

Массовую концентрацию пыли руды редких металлов в воздухе рабочей зоны определяют периодически в соответствии с ГОСТ 12.1.005, а также утвержденным руководством [5] (приложение 9) и методическими указаниями [6].

Средние значения радиационных факторов в течение года, соответствующие эффективной дозе 5 мЗв за год, оценивают в соответствии с разделом IV [2] и 3.1 [1].

5.10 Персонал, работающий с рудой редких металлов, должен быть обеспечен специальной одеждой, обувью и средствами защиты органов дыхания, глаз и рук согласно [7] и [8].

5.11 На всех этапах работы с рудой редких металлов должны быть соблюдены требования безопасности по ГОСТ 12.2.003, ГОСТ 12.3.009, правила безопасности при ведении горных работ и переработке твердых полезных ископаемых [9], а также инструкции по безопасной эксплуатации электроустановок в горнорудной промышленности [10] и санитарно-эпидемиологические правила СП 2.2.3670-20.

6 Правила приемки

6.1 Оценку соответствия показателей руды редких металлов товарной необогащенной требованиям настоящего стандарта осуществляют контролируемыми партиями. Документ о качестве руды может быть оформлен с помощью буквенно-цифровых символов либо содержать информацию о показателях качества руды в закодированном или условном виде.

6.2 Документ о качестве руды должен содержать следующую информацию:

- наименование документа, его номер и дата оформления;
- наименование продукции;
- наименование рудника (месторождения);
- номер контролируемой партии и дата ее формирования;
- масса контролируемой партии;
- результаты испытаний с указанием полученных значений показателей, перечисленных в таблице 2.

Примечание — В документе о качестве допускается приводить сведения о содержании оксида скандия (Sc_2O_3) при наличии такого требования в договоре поставки.

6.3 Масса контролируемой партии руды по показателям, приведенным в таблице 2 (массовая доля пентаоксида ниобия, массовая доля суммы редкоземельных элементов, массовая доля влаги и максимальная крупность кусков), составляет 30 тонн.

Допускается по согласованию с потребителем устанавливать другие значения массы контролируемой партии. При массе партии менее установленной массы контролируемой и поставляемой партий по перечисленным выше показателям принимаются одинаковыми.

6.4 Масса контролируемой партии по показателям, указанным в таблице 1 (массовая доля суммы оксида железа (III) и оксида марганца, массовая доля оксида кальция, массовая доля оксида фосфора), не нормируется. Определение этих показателей качества руды редких металлов осуществляют периодически, но не реже одного раза в полугодие, или по требованию потребителя.

6.5 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей, указанных в таблице 2, проводят повторные испытания контролируемой партии. Результаты повторных испытаний распространяют на всю контролируемую партию.

Если результаты повторных испытаний не соответствуют требованиям стандарта, предъявляемым к продукции по этим показателям, всю контролируемую партию бракуют.

6.6 Поставляемая потребителю партия руды редких металлов, которая состоит из нескольких установленных или согласованных с потребителем контролируемых партий руды, должна быть однородной по качеству и сопровождается одним документом о качестве.

6.7 Значения результатов испытаний поставляемой партии руды, состоящей из нескольких контролируемых партий, рассчитывают как взвешенное среднеарифметическое значение показателей качества, определенных для каждой партии руды, входящей в поставку.

Взвешенное среднеарифметическое значение рассчитывается как сумма произведений значения каждого показателя на массу контролируемой партии, деленная на сумму масс всех контролируемых партий, входящих в поставляемую партию.

Числовые значения результатов расчета каждого показателя записывают в документ о качестве до количества значащих цифр, которому соответствует норма этого показателя в таблице 2.

Округление чисел проводят в соответствии с СТ СЭВ 543.

7 Методы испытаний

7.1 Отбор и подготовка проб

7.1.1 Для отбора проб следует использовать следующее оборудование:

- пробоотсекатель любого типа, обеспечивающий отбор точечной пробы руды не менее 5 кг;
- совок металлический;
- дробилка лабораторная любого типа, обеспечивающая крупность частиц на выходе не более 5 мм;
- дробилка лабораторная любого типа, обеспечивающая крупность частиц на выходе не более 1 мм;
- истиратель любого типа, обеспечивающий крупность частиц на выходе не более 0,045 мм;
- делитель проб любого типа;
- шкаф сушильный лабораторный с автоматическим регулированием температуры, обеспечивающий стабильность температуры (105 ± 5) °С;
- сито с ячейкой 0,045 мм и 75 мм по ГОСТ Р 51568;
- противень лабораторный для сушки материалов.

7.1.2 Точечные пробы для контроля качества руды редких металлов отбирают пробоотсекателем на конвейере из расчета не менее 1 пробы на 3 тонны руды. Масса точечной пробы должна быть не менее 5 кг.

При массе поставляемой партии менее 30 тонн допускается увеличение количества точечных проб и уменьшение массы точечной пробы до 2,5 кг.

Отобранные точечные пробы объединяют в общую пробу. Размеры кусков руды, поступающей в пробу, не должны превышать 75 мм в наибольшем измерении. Контроль максимальной крупности кусков проводится по п. 7.5 настоящего стандарта.

Для контроля качества руды по массовой доле влаги отбирают пробу массой не менее 2 кг из общей пробы.

7.1.3 Общую пробу, сформированную по 7.1.2, дробят до крупности не более 5 мм, сокращают делителем до массы 10 кг. Полученную пробу перемешивают, методом квартования отбирают пробу массой 3—5 кг для проведения исследований по 7.6.

Оставшуюся часть пробы дробят до крупности не более 1 мм и сокращают делителем до массы 0,5—0,6 кг. Подготовленную пробу истирают до крупности менее 0,045 мм, перемешивают, методом квартования отбирают аналитическую пробу массой 200—250 г и дубликат массой 300—400 г, помещают в чистую, сухую, плотно закрывающуюся тару (полиэтиленовую банку, пакет).

На тару наносят маркировку с указанием наименования рудника, даты и времени отбора и регистрационного номера пробы добываемой руды.

Аналитическую пробу отправляют на химический анализ, оставшуюся часть средней пробы передают на хранение.

7.1.4 Перед выполнением химического анализа руды на показатели: массовая доля пентаоксида ниобия, массовая доля суммы редкоземельных элементов, массовая доля суммы железа общего в пересчете на оксид (III) и оксида марганца, массовая доля оксида фосфора, массовая доля оксида кальция аналитическую пробу руды помещают на противень и сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С до постоянной массы аналогично процедуре, описанной в 7.4.4. Затем высушенную пробу охлаждают до комнатной температуры, помещают в чистую, сухую, плотно закрывающуюся тару (полиэтиленовую банку, пакет) с идентификационной этикеткой.

Допускается выполнение химического анализа исходной пробы с одновременным определением массовой доли влаги с последующим пересчетом результатов анализов на сухую пробу.

7.2 Определение полезных компонентов и примесей атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) и масс-спектральным с индуктивно связанной плазмой (МС-ИСП) методами

7.2.1 Определение массовых долей ниобия, редкоземельных элементов (лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция, иттрия, скандия), фосфора, кальция, марганца и железа выполняют в следующей последовательности:

- сплавление пробы со смесью соды и буры, последующее кислотное растворение плава и стабилизация полученного раствора,
- измерение массовых долей Nb, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Y, Sc, P, Ca, Mn и Fe в растворе АЭС-ИСП методом,
- измерение массовых долей Nb, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu и Y в растворе МС-ИСП методом,

- сведение результатов измерений методами АЭС-ИСП и МС-ИСП, оперативный контроль правильности.

7.2.2 Диапазоны измерений массовых долей определяемых элементов (компонентов) приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Перечень и диапазоны измерений массовых долей определяемых элементов (компонентов)

Определяемый элемент (компонент)		Диапазоны измерений массовой доли элемента (компонента), %	
		АЭС-ИСП	МС-ИСП
Ниобий в пересчете на оксид	Nb_2O_5	0,020—30,0	0,020—30,0
Лантан	La	0,0050—10,0	0,0020—10,0
Церий	Ce	0,010—20,0	0,0050—20,0
Празеодим	Pr	0,010—2,0	0,0050—2,0
Неодим	Nd	0,010—5,0	0,0020—5,0
Самарий	Sm	0,0020—0,50	0,0020—0,50
Европий	Eu	0,0020—0,20	0,0020—0,20
Гадолиний	Gd	0,010—0,50	0,0020—0,50
Тербий	Tb	0,010—0,10	0,0010—0,10
Диспрозий	Dy	0,010—0,50	0,0020—0,50
Гольмий	Ho	0,0020—0,050	0,0010—0,050
Эрбий	Er	0,0050—0,20	0,0010—0,20
Тулий	Tm	0,0010—0,020	0,00050—0,020
Иттербий	Yb	0,0020—0,10	0,0010—0,10
Лютеций	Lu	0,0050—0,020	0,00050—0,020
Иттрий	Y	0,0020—2,0	0,0020—2,0
Скандий	Sc	0,0050—0,10	—
Фосфор в пересчете на оксид	P_2O_5	1,0—40,0	—
Кальций в пересчете на оксид	CaO	0,20—20,0	—
Марганец	Mn	0,010—20,0	—
Железо	Fe	0,50—40,0	—

7.2.3 Значения среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и доверительных границ погрешности измерений массовых долей определяемых элементов (компонентов) (при доверительной вероятности $P = 0,95$) методами АЭС-ИСП и МС-ИСП приведены в приложении А.

7.2.4 Основы методов анализа

7.2.4.1 Для перевода материала анализируемой пробы в раствор используется метод сплавления со смесью соды с бурой (2:1) и последующее кислотное растворение полученного сплава. Для стабилизации раствора применяют пероксид водорода.

7.2.4.2 Определение массовых долей элементов (компонентов) в рудах редких металлов атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) методом заключается в возбуждении атомов элементов при распылении анализируемого раствора в аргоновую индуктивно связанную плазму (ИСП) и измерении интенсивности аналитических спектральных линий определяемых элементов фотоэлектрическим методом. Связь интенсивности аналитической линии с концентрацией элемента устанавливают с помощью градуировочной характеристики.

Наибольшее и менее контролируемое влияние на результаты анализа оказывает эффект матрицы. Для учета нестабильных условий анализа используют внутренний стандарт — элемент сравнения, ко-

торый прибавляют в каждую пробу перед введением раствора пробы в плазму. В качестве внутреннего стандарта используют раствор индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3.

Основной проблемой анализа РЗЭ атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой методом является их сложный спектр за счет большого количества электронных переходов, что сильно ограничивает выбор аналитических длин волн, свободных от интерференций. Для решения этой задачи используется подход, который предусматривает нахождение коэффициентов спектральных наложений в модельных растворах и последующий учет спектральных интерференций в исследуемых образцах.

7.2.4.3 В основе масс-спектрального с индуктивно связанной плазмой (МС-ИСП) метода определения редкоземельных элементов (РЗЭ) лежит использование аргоновой индуктивно связанной плазмы в качестве источника ионов и масс-спектрометра для их разделения и последующего детектирования. Интенсивности ионов с одинаковым отношением массы к заряду измеряются системой регистрации, полученные масс-спектры обрабатываются при помощи компьютерной программы прибора.

Метод МС-ИСП дает возможность проводить одновременное определение всех вышеперечисленных элементов с чрезвычайно низкими значениями пределов определения, величина которых зависит, во-первых, от чистоты используемых для сплавления и выщелачивания реактивов, лабораторной посуды, испытательного и вспомогательного оборудования, и, во-вторых, возможными спектральными интерференциями.

Основные спектральные помехи при анализе проб руды обусловлены наложением оксидных, гидроксидных и гидридных ионов редкоземельных элементов (РЗЭ), в данной методике для их учета используется метод математической коррекции.

7.2.5 Общие требования

7.2.5.1 При проведении анализов применяют: реактивы квалификации «ос.ч», «х.ч.».

Допускается приготовление приведенных ниже растворов реактивов указанных концентраций в необходимых (больших или меньших) объемах.

7.2.5.2 Допускается использование других типов средств измерений, посуды, вспомогательного оборудования, стандартных образцов, материалов и реактивов, изготовленных по другой нормативной документации, с характеристиками не хуже, чем приведенные в 7.2.6. Средства измерений должны быть поверены.

7.2.5.3 Анализ руды проводят при следующих условиях:

температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;

относительная влажность окружающего воздуха — не более 80 %.

Перед началом проведения анализа образцы руды, вода для лабораторного анализа и растворы реактивов должны иметь температуру окружающего воздуха в помещении.

7.2.5.4 При выполнении анализа следует соблюдать требования охраны труда при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по [11].

7.2.5.5 К выполнению анализа и обработке его результатов допускаются лица, прошедшие профессиональное обучение, имеющие опыт работы в аналитической лаборатории.

Процедуры, осуществляемые в рамках реализации данной методики, могут выполняться несколькими операторами.

7.2.6 Средства измерений, испытательное и вспомогательное оборудование, стандартные образцы, материалы, реактивы

7.2.6.1 Используют следующие средства измерений:

- атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой со следующими техническими характеристиками:

а) спектрометр параллельного действия с оптической схемой Эшелле,

б) разрешение не хуже 10 пкм на длине волны 200 нм,

в) радиальное и аксиальное наблюдение плазмы;

- квадрупольный масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой;
- весы аналитические лабораторные специального класса точности по ГОСТ Р 53228;
- весы аналитические лабораторные высокого класса точности по ГОСТ Р 53228;
- колбы мерные 1 — 100 (200, 1000) — 2 по ГОСТ 1770;
- колбы мерные пластиковые вместимостью 100 см^3;
- одноканальный механический дозатор с переменным объемом дозирования 1—10 см^3;

- одноканальный механический дозатор с переменным объемом дозирования 0,1—1 $см^3$;
- одноканальный механический дозатор с переменным объемом дозирования 0,01—0,1 $см^3$.

7.2.6.2 Испытательное и вспомогательное оборудование, посуда:

- муфельная печь камерная лабораторная с регулируемой температурой нагрева не ниже 1100 °С;
- электроплита нагревательная лабораторная с закрытой спиралью с регулируемой температурой нагрева до 500 °С по ГОСТ 14919;
- электропечь лабораторная низкотемпературная с регулируемой температурой нагрева не ниже 150 °С;
- стаканы пластиковые вместимостью 100 $см^3$;
- ступка агатовая с пестиком;
- тигли платиновые № 100-3 с крышкой по ГОСТ 6563;
- чашки фарфоровые диаметром 120 мм по ГОСТ 9147;
- пробирки пластиковые вместимостью 15 $см^3$ и 50 $см^3$;
- банка пластиковая с завинчивающейся крышкой вместимостью 1 $дм^3$.

7.2.6.3 Стандартные образцы состава:

- одноэлементные стандартные растворы P, Ca, Mn, Fe, Cs, Y, Nb, In, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Gd с массовой концентрацией 1 г/$дм^3$ и Eu, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Sc с массовой концентрацией 10 мг/ $дм^3$;
- многоэлементный стандартный раствор с массовой концентрацией 10 мг/$дм^3$ Ce, Dy, Er, Eu, Gd, Ho, Fe, La, Lu, Mn, Nd, P, Pr, Sm, Sc, Tb, Tm, Yb, Y,
- стандартные образцы состава руд редких металлов с аттестованными характеристиками массовых долей определяемых элементов.

7.2.6.4 Реактивы и материалы:

- аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157;
- кислота азотная концентрированная ос.ч 27-5 по ГОСТ 11125;
- кислота соляная концентрированная ос.ч по ГОСТ 14261;
- кислота фтористоводородная концентрированная ос.ч.;
- водорода пероксид ос.ч по ГОСТ 10929;
- натрий тетраборнокислый 10-водный (бура) х.ч. по ГОСТ 4199;
- натрий углекислый (сода) х.ч. по ГОСТ 83;
- индия оксид (III) х.ч.;
- вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты, соответствующая п.1 таблицы 1 ГОСТ Р 52501.

7.2.7 Подготовка к выполнению анализа

7.2.7.1 Для приготовления смеси соды с бурой в соотношении (2:1) в агатовой ступке истирают и тщательно перемешивают две массовые части натрия углекислого (соды) и одну часть обезвоженного тетрабората натрия (буры). Полученную смесь помещают в пластиковую банку с завинчивающейся крышкой.

Смесь должна храниться в сухом месте. Срок хранения — один год.

7.2.7.2 Для приготовления раствора соляной кислоты, разбавленной в соотношении (1:1), к одной объемной части воды для лабораторного анализа приливают равную объемную часть концентрированной соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения раствора — один месяц.

7.2.7.3 Для приготовления смеси азотной и соляной кислот в соотношении (1:3) («царская водка») к трем объемным частям концентрированной соляной кислоты приливают одну объемную часть концентрированной азотной кислоты. Смесь кислот применяется свежеприготовленной, хранению не подлежит.

7.2.7.4 Для измерений АЭС-ИСП методом готовят вспомогательный раствор для разбавления, раствор внутреннего стандарта индия и градуировочные растворы.

Для промывки системы ввода атомно-эмиссионного спектрометра используют раствор азотной кислоты с массовой долей 4 %. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ добавляют 10—15 $см^3$ воды для лабораторного анализа и 4,3 $см^3$ концентрированной азотной кислоты с плотностью 1,4 г/$см^3$, доводят до метки водой для лабораторного анализа и перемешивают. Срок хранения раствора до 2 дней.

Для градуировки атомно-эмиссионного спектрометра необходимо приготовить серии градуировочных растворов. Элементный состав и массовые концентрации определяемых элементов в градуировочных растворах приведены в таблице 4.

Также предварительно готовят раствор внутреннего стандарта индия с массовой концентрацией 2 г/$дм^3$ и вспомогательный раствор для разбавления.

Методика приготовления раствора внутреннего стандарта индия, вспомогательного раствора для разбавления и градуировочных растворов для измерений методом АЭС-ИСП приведена в приложении Б.

Таблица 4 — Элементный состав и массовые концентрации градуировочных растворов определяемых элементов для измерений АЭС-ИСП методом

Номер серии градуировочных растворов	Определяемые элементы	Номер градуировочного раствора и массовые концентрации определяемых элементов, мг/дм^3				
		1	2	3	4	5
1	Ce	1,5	3	15	30	—
	P	1,5	3	15	30	—
	Lu	0,005	0,01	0,05	0,1	—
2	Nb	2,5	5	25	50	—
	Dy	0,025	0,05	0,25	0,5	—
3	Nd	0,5	1	5	10	—
	Ho	0,005	0,01	0,05	0,1	—
4	Tb	0,01	0,02	0,1	0,2	—
5	La	0,75	1,5	7,5	15	—
	Er	0,025	0,05	0,25	0,5	—
	Sc	0,01	0,02	0,1	0,2	—
6	Fe	5	10	50	100	—
	Y	0,15	0,3	1,5	3	—
	Gd	0,05	0,1	0,5	1	—
	Eu	0,025	0,05	0,25	0,5	—
7	Ca	0,5	1,0	5	10	40
	Pr	0,25	0,5	2,5	5	—
	Yb	0,01	0,02	0,1	0,2	—
8	Mn	2,5	5	25	50	—
	Sm	0,1	0,2	1	2	—
	Tm	0,01	0,02	0,1	0,2	—

7.2.7.5 Для промывки системы ввода масс-спектрометра используют раствор азотной кислоты с массовой долей 2 %. В пластиковую пробирку вместимостью 50 см^3 добавляют 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и дозатором 1 см^3 концентрированной азотной кислоты плотность 1,4 г/см^3. Полученный раствор перемешивают, доводят водой для лабораторного анализа до 50 см^3 и используют для промывки системы ввода спектрометра и оценки чистоты системы ввода масс-спектрометра. Срок хранения раствора до 2 дней.

Для градуировки масс-спектрометра необходимо приготовить серии градуировочных растворов, элементный состав и массовые концентрации определяемых элементов которых приведены в таблице 5.

Таблица 5 — Элементный состав и массовые концентрации градуировочных растворов определяемых элементов для измерений МС-ИСП методом

Номер серии градуировочных растворов	Номер градуировочного раствора в серии	Определяемые элементы	Массовые концентрации определяемых элементов в градуировочных растворах, мкг/дм^3
A	A-10	Ce, Dy, Er, Eu, Gd, Ho, Fe, La, Lu, Mn, Nd, P, Pr, Sm, Sc, Tb, Tm, Yb, Y	10
	A-20		20
F-200	F-100	Y, La, Ce, Pr и Nd	100
	F-200		200
Nb-500	Nb-100	Nb	100
	Nb-500		500

Методика приготовления раствора внутреннего стандарта цезия с массовой концентрацией 1 мг/дм^3 и градуировочных растворов для измерений МС-ИСП методом приведена в приложении В.

В зависимости от состава анализируемых образцов и необходимости учета какого-либо спектрального мешающего влияния готовят растворы, содержащие элементы-интерференты в диапазоне 100—1000 мкг/дм^3, из одноэлементных стандартных растворов.

В приложении Г в качестве примера приведена процедура приготовления раствора неодима, необходимого для учета влияния оксидных и гидроксидных полиатомных ионов на определение гадолиния и тербия. Аналогично готовят растворы и других РЗЭ, необходимых для этой цели.

7.2.7.6 Для подготовки раствора анализируемой пробы следует провести процедуру ее разложения. С этой целью навеску пробы массой (0,0500 ± 0,0010) г, истертой до крупности не более 0,045 мм, и навеску смеси соды с бурой (2:1) массой (0,500 ± 0,001) г помещают в платиновый тигель и перемешивают стеклянной палочкой. Накрывают тигель крышкой и помещают в муфельную печь, нагретую до температуры (1030 ± 20) °С, и сплавляют в течение 20 мин. Затем вынимают тигель с плавом из печи, снимают крышку и плав вращательным движением распределяют по стенкам тигля. После остывания в тигель вносят 5 см^3 воды для лабораторного анализа и ставят на плитку, разогретую до температуры 55 °С, на 1 час. Затем дозатором в тигель приливают 1 см^3 соляной кислоты, разбавленной (1:1), накрывают крышкой и оставляют на 10 мин. После бурной реакции нейтрализации плав из тигля переносят в стакан. Дозатором приливают в стакан 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной (1:1), и 1 см^3 пероксида водорода, накрывают часовым стеклом и выдерживают на плитке при температуре 90 °С до полного растворения плава. Параллельно в платиновый тигель приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты и выдерживают на плитке при той же температуре 10 мин. Далее растворы объединяют, переливая из платинового тигля в стакан и тщательно обмывая стенки платинового тигля. Полученный раствор из стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, тщательно обмывая стенки стакана водой для лабораторного анализа, дозатором приливают 1 см^3 пероксида водорода для стабилизации раствора и 1 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3 в качестве внутреннего стандарта. После охлаждения доводят объем раствора в мерной колбе до метки водой для лабораторного анализа, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Для приготовления раствора «холостого» опыта выполняют все вышеперечисленные процедуры, но без добавления анализируемой пробы.

Полученные растворы анализируемой пробы и «холостого» опыта переливают в пластиковые пробирки и хранят в холодильнике, срок хранения до 7 дней.

Перед началом масс-спектральных измерений полученный раствор дополнительно разбавляют в 20 раз. Для этого в сухую пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 добавляют дозатором 0,2 см^3 концентрированной соляной кислоты, 0,3 см^3 пероксида водорода, 0,5 см^3 раствора пробы и 0,1 см^3 промежуточного раствора цезия с массовой концентрацией 1 мг/дм^3 в качестве внутреннего стандарта. Объем раствора доводят до 10 см^3 водой для лабораторного анализа. Раствор хранят в холодильнике, срок хранения до 2 дней.

Примечание — Результат взвешивания массы навески анализируемой пробы вносится в рабочий журнал (рабочий лист) и используется в дальнейших расчетах с четырьмя цифрами после запятой.

7.2.7.7 Подготовку атомно-эмиссионного спектрометра и масс-спектрометра к работе и оптимизацию условий измерения производят в соответствии с инструкцией по эксплуатации приборов.

Перечень длин волн аналитических линий, используемых для определения элементов АЭС-ИСП методом, приведен в таблице 6.

Таблица 6 — Перечень длин волн аналитических линий, используемых для определения элементов АЭС-ИСП методом, и их краткие характеристики

Элемент	Длина волны, нм	Тип линии (I — атом, II — ион)	Основные спектральные интерференции
Nb	309,418	II	La(309,476); Nd(309,427); V(309,420); Y(309,377) Ce(309,395)
	316,340	II	Ce(316,335); Pr(316,374)
La	384,902	II	Ce(384,907); Dy(384,940); Nd(384,823); Pr(384,833); Sm(384,881); Tb(384,875); Zr(384,925); Hf(384,952)
	398,852	II	Ce(398,852; 388,944); Nb(398,816); Nd(398,881)
	408,672	II	Ce(408,677; 408,642); Nd(408,582); Pr(408,624); Sr(408,734)

Окончание таблицы 6

Элемент	Длина волны, нм	Тип линии (I — атом, II — ион)	Основные спектральные интерференции
Ce	418,660	II	Ti(418,612); Zr(418,669); Nd(418,631)
	456,236	II	Pr(456,313); La(456,250); Ti(456,263); Nd(456,234)
Pr	417,939	II	Ce(417,929); Nd(417,959); Zr(417,981)
Nd	430,358	II	Ce(430,373); Fe(430,317); Pr(430,359)
Sm	442,434	II	Ce(442,431); Nd(442,434); Ti(442,440); Pr(442,460); Nb(442,466)
Eu	381,967	II	Ce(381,953); Nd(381,970); Sm(381,938)
	412,970	II	Ba(413,066); Ce(412,992); Nb(412,993;412,943); Nd(412,987); Sm(412,999)
Gd	335,047	II	Ce(335,068); Er(335,026); Nd(335,049); Ti(335,055)
Tb	350,917	II	Ce(350,925); Sm(350,912); Zr(350,932)
Dy	353,170	II	Ce(335,159); Er(353,126); Mn(353,200); Nd (335,171);
Ho	345,600	II	Pr(345,597); Zr(345,591); Ti(345,639); Sm(345,611)
Er	349,910	II	Nd(349,902); Pr(349,909); Ti(349,910)
Tm	346,220	II	Ce(346,223); Nd(346,175) Fe(346,236); Ca(346,262) La(346,232)
Yb	328,937	II	Ce(328,928); Fe(328,935); Nb(328,955); Nd(328,953); Ti(328,889); V(328,939)
	369,419	II	Ce(369,417); Fe(369,401); La(369,427); Nd(369,479); Sm(369,400); Ti(369,445)
Lu	261,542	II	Fe(261,546)
Y	324,228	II	Ce(324,214); Nb(324,253); Ti(324,199); Zr(324,216); Th(324,226)
	360,073	II	Ce(360,058); Dy(360,034); Nd(360,092); Pr(360,075); Sm(360,125);Th(360,043)
	371,030	II	La(371,059); Nb(371,045); Nd(371,155); Sm(371,087) Ce(370,093); Ti(370,996); Pr(371,110)
P	213,618	I	—
	214,914	I	Nb(214,903)
Sc	361,384	II	Ce(361,370); Gd(361,441); Nd(361,324); Pr(361,370); Th(361,401); Zr(361,370)
	363,075	II	Ce(363,079); Sm(363,067); Nd(363,102); Nb(363,062); Ca(363,075)
Ca	396,847	II	Dy(396,839); Th(396,848)
	317,933	II	—
	315,887	II	—
Mn	257,610	II	—
	260,569	II	Fe(260,565)
Fe	233,280	II	Nb(233,288)
	234,349	II	—
In	230,606	II	—

Перечень изотопов, используемых для определения элементов (компонентов) МС-ИСП методом, приведен в таблице 7.

Таблица 7 — Перечень изотопов, используемых для определения элементов (компонентов) МС-ИСП методом

Элемент	Изотоп	Распространенность, %	Основные мешающие ионы (для изобар в скобках приведена распространенность в %)
Nb	^{93}Nb	100	$^{53}Cr^{40}Ar$
La	^{139}La	99,9	$^{138}BaH^+$, $^{123}Sb^{16}O^+$
Ce	^{140}Ce	88,5	$^{139}LaH^+$, $^{124}Sn^{16}O^+$
Pr	^{141}Pr	100	$^{140}CeH^+$, $^{125}Te^{16}O^+$
Nd	^{143}Nd	12,2	$^{142}CeH^+$
	^{145}Nd	8,3	$^{144}SmH^+$
	^{146}Nd	17,2	$^{130}Ba^{16}O^+$,
Sm	^{147}Sm	15,0	$^{130}Ba^{16}OH^+$, $^{146}NdH^+$
	^{149}Sm	13,8	$^{132}Ba^{16}OH^+$, $^{148}NdH^+$
Eu	^{151}Eu	47,8	$^{134}Ba^{16}OH^+$, $^{135}Ba^{16}O^+$
	^{153}Eu	52,2	$^{136}Ba^{16}OH^+$, $^{137}Ba^{16}O^+$
Gd	^{160}Gd	21,9	$^{160}Dy^+$(2.34), $^{144}Nd^{16}O^+$, $^{144}Sm^{16}O^+$
Tb	^{159}Tb	100	$^{143}Nd^{16}O^+$
Dy	^{161}Dy	18,9	$^{145}Nd^{16}O^+$
	^{163}Dy	24,9	$^{147}Sm^{16}O^+$
	^{164}Dy	28,2	$^{164}Er^+$(1.61), $^{148}Sm^{16}O^+$
Ho	^{165}Ho	100	$^{149}Sm^{16}O^+$
Er	^{167}Er	23,0	$^{151}Eu^{16}O^+$
	^{168}Er	26,8	$^{168}Yb^+$(0.13), $^{152}Sm^{16}O^+$, $^{152}Gd^{16}O^+$
Tm	^{169}Tm	100	$^{153}Eu^{16}O^+$
Yb	^{171}Yb	14,3	$^{155}Gd^{16}O^+$
	^{172}Yb	21,9	$^{156}Gd^{16}O^+$, $^{156}Dy^{16}O^+$
	^{174}Yb	31,8	$^{174}Hf^+$, $^{158}Gd^{16}O^+$, $^{158}Dy^{16}O^+$
Lu	^{175}Lu	97,41	$^{159}Tb^{16}O^+$
Y	^{89}Y	100	$^{49}Ti^{40}Ar$, $^{88}SrH^+$
Cs	^{133}Cs	100	^{116}SnO

7.2.7.8 Градуировку атомно-эмиссионного спектрометра и масс-спектрометра проводят перед началом измерений серии подготовленных проб руды в соответствии с инструкцией на приборы с соблюдением параметров, приведенных в 7.2.7.7.

Для построения градуировочных характеристик используют градуировочные растворы, элементный состав и массовые концентрации которых приведены в таблицах 4 (для АЭС-ИСП) и 5 (для МС-ИСП).

Измерения градуировочных растворов проводят в порядке возрастания массовых концентраций определяемых элементов. В качестве нулевого раствора для АЭС-ИСП измерений используют вспомогательный раствор для разбавления, для МС-ИСП — раствор азотной кислоты с массовой долей 2 %.

7.2.7.9 Контроль стабильности градуировочных характеристик в методе АЭС-ИСП проводят одновременно с измерением анализируемых растворов. Средствами контроля являются приготовленные растворы для градуировки (не менее трех растворов, отвечающих по массовой концентрации определяемого элемента приблизительно началу, середине и концу градуировочной характеристики).

Градуировочные характеристики считают стабильными при выполнении для всех определяемых элементов каждого раствора для градуировки следующего условия:

$$|C - C_0| \le K \cdot C_0, \quad (1)$$

где C — результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого элемента в градуировочном растворе, мг/дм^3;

C_0 — приписанное (расчетное) значение массовой концентрации определяемого элемента в градуировочном растворе, мг/дм^3;

K — относительное значение норматива контроля стабильности градуировочной характеристики, которое приведено в таблице 8.

Таблица 8 — Относительное значение норматива контроля стабильности градуировочной характеристики K

Массовая концентрация определяемых элементов в градуировочных растворах, мг/дм^3	Относительное значение норматива контроля стабильности градуировочной характеристики K
От 0,005 до 0,010 вкл.	0,10
Св. 0,010 до 5,0 вкл.	0,08
Св. 5,0 до 50 вкл.	0,06
Св. 50 до 100 вкл.	0,02

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо приготовить и выполнить повторное его измерение с целью исключения результата, содержащего грубый промах.

Если градуировочная характеристика нестабильна, что может быть вызвано изменением условий анализа (давления и расхода газа, засорением распылителя и т. д.), выясняют причины. После устранения несоответствий строят новые градуировочные характеристики.

Для контроля стабильности градуировочных характеристик в методе МС-ИСП, а также последующего учета изменений чувствительности масс-спектрометра используют добавку внутреннего стандарта цезия (Cs). В каждый измеряемый раствор анализируемого образца на стадии конечного разбавления вводят дополнительно раствор Cs, массовая концентрация которого составляет 10 мкг/дм^3. Контроль стабильности градуировочных характеристик осуществляет оператор, сравнивая введенную массовую концентрацию Cs и экспериментально определенную концентрацию Cs в измеренном образце, рассчитанные по последнему градуировочному блоку. Градуировочные характеристики считают стабильными, если измеренное в образце содержание внутреннего стандарта (Cs) отклоняется не более чем на 25 % отн. от его введенного количества.

Отклонение в измеренном значении внутреннего стандарта более 25 % отн. может быть связано со многими причинами и требует проведения новой градуировки масс-спектрометра путем измерения всех градуировочных растворов. Обычно это связано с осаждением матричных элементов на рабочих поверхностях конусов интерфейса, что приводит к уменьшению его пропускной способности. Величина этого эффекта зависит не только от природы и концентрации матричных элементов, но и от состояния поверхности конусов интерфейса. Обычно возможно измерение 40—80 растворов анализируемых образцов между двумя градуировками.

7.2.8 Выполнение измерений массовой концентрации определяемых элементов в растворах анализируемых проб и «холостого» опыта проводят после выполнения подготовительных процедур по 7.2.7.

Для каждого раствора выполняются три измерения сигнала и в программном обеспечении спектрометров вычисляется среднее арифметическое значение массовой концентрации элемента, которое является результатом единичного определения.

7.2.9 Обработка (вычисление) результатов измерений

7.2.9.1 При обработке (вычислении) результатов измерений АЭС-ИСП методом для получения достоверных результатов необходимо учесть изменения интенсивности внутреннего стандарта индия и спектральные интерференции — наложения от матрицы образца.

Учет изменения интенсивности внутреннего стандарта индия проводят аналогично процедуре, изложенной в 7.2.9.2 по формуле (5).

В таблице 6 представлены основные спектральные наложения на используемых в методике длинах волн определяемых и матричных элементов. Для этого сначала экспортируют измеренные содержания от градуировочных растворов, которые не содержат элементы со взаимным спектральным влиянием, а также не содержат два интерферирующих элемента на один. Затем рассчитывают коэффициенты спектральных наложений по формуле

$$a_m = \frac{C_{m(Int.)}}{C_{m(St)} \cdot N_{(Int)}}, \quad (2)$$

где $C_{m(Int.)}$ — вклад интерферирующего элемента на длине волны определяемого элемента, мг/дм^3;

$C_{m(St)}$ — массовая концентрация интерферирующего элемента в градуировочном растворе, мг/дм^3;

$N_{(Int)}$ — число длин волн интерферирующего элемента.

Далее для расчета содержаний определяемых элементов рассчитывают систему линейных уравнений (СЛУ), которую можно представить в виде следующей матрицы:

$$\begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} \cdots & a_{140} \\ a_{21} & a_{22} \cdots & a_{240} \\ \vdots & \vdots \ddots & \vdots \\ a_{401} & a_{402} \cdots & a_{4040} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \\ \vdots \\ x_{40} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \\ \vdots \\ b_{40} \end{pmatrix}, \quad (3)$$

где a_m — коэффициенты, рассчитанные по формуле (2);

x_n — искомые массовые концентрации, мг/дм^3;

b_n — найденные по градуировочной характеристике массовые концентрации без учета спектральных наложений, мг/дм^3.

После решения СЛУ для каждого элемента усредняют полученные результаты по длинам волн. Для низких содержаний отдают предпочтение более чувствительным длинам волн. Если при одинаковой чувствительности длин волн полученные результаты расходятся более чем на 5 отн. %, то необходимо проверить эти длины волн на предмет спектральных интерференций и отдавать приоритет максимально свободной от наложений линии, после чего необходимо заново пересчитать СЛУ с измененным числом строк и столбцов.

Расчет массовой доли каждого определяемого элемента C_n, %, проводят по формуле

$$C_n = \frac{X_n \cdot V}{1000 \cdot m} \cdot 100, \quad (4)$$

где X_n — найденная массовая концентрация определяемого элемента после решения СЛУ (3) и усреднения, мг/дм^3;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

m — масса навески, мг.

Для элементов, которые указаны в оксидной форме в таблице 3, перед выдачей результатов массовую долю необходимо пересчитать на оксид.

7.2.9.2 При обработке (вычислении) результатов измерений МС-ИСП методом расчет массовых долей элементов в анализируемых растворах проводят с использованием программного обеспечения масс-спектрометра.

Расчет проводят в три этапа:

- в рамках программного обеспечения масс-спектрометра по градуировочным характеристикам рассчитывают промежуточные значения массовых концентраций элементов по изотопам, приведенным в таблице 7, в анализируемых растворах и растворе «холостого» опыта;

- корректируют полученные значения массовых концентраций элементов в анализируемых образцах и растворе «холостого» опыта на величину $K_{корр.}$

$$K_{корр.} = C_{Cs}(изм.)/C_{Cs}(расч.), \quad (5)$$

где C_{Cs}(изм.) — измеренное значение массовой концентрации внутреннего стандарта (^{133}Cs), мкг/дм^3;

C_{Cs}(расч.) — расчетное значение массовой концентрации внутреннего стандарта (^{133}Cs), мкг/дм^3

- проводят проверку влияния на результаты измерений возможных полиатомных интерференций и, при необходимости, их учет, а также объединяют результаты измерения содержания элементов, определенные по двум и более изотопам;

- рассчитывают массовые доли элементов в анализируемых пробах.

Для учета или устранения спектральных интерференций применяют расчетный метод с использованием вспомогательных растворов, приготовленных по приложению Г.

При использовании расчетного метода интенсивность сигнала ионов определяемого элемента I_i на какой-либо массе можно представить как:

$$I_i = I_{общ.} - \Sigma I_j\left(C_j, k_j\right), \quad (6)$$

где $I_{общ.}$ — суммарная интенсивность сигнала на этой массе;

$I_j(C_j, k_j)$ — интенсивность полиатомного иона «j» с тем же массовым числом m/z.

Интенсивность полиатомного иона $I_j(C_j, k_j)$ зависит от содержания элемента в анализируемом растворе (C_j), из которого образуется полиатомный ион, и от степени образования этих ионов (k_j). Отметим, что полиатомных ионов с примерно одинаковым m/z может быть несколько, что и учитывает приведенная в этом пункте формула.

Чтобы определить вклад мешающего полиатомного иона в общую интенсивность, имеется несколько стандартных подходов в зависимости от природы полиатомного иона и изотопного состава определяемого и мешающего элемента. В данной методике используют подход, основанный на экспериментальном определении величины k_j путем измерения вместе с анализируемыми образцами модельного раствора, содержащего определенное количество элемента j и не содержащего определяемый элемент. Измеряя интенсивность (I) на соответствующих ионам определяемого элемента значениям массового числа m/z, рассчитывается величина k_j. Зная величину k_j и содержание элемента j в образце и вспомогательном растворе легко рассчитать вклад соответствующего мешающего иона в суммарный сигнал $I_j(C_j,k_j)$. Именно таким образом в данной методике учитывается вклад оксидных и гидроксидных ионов при использовании ^{151}Eu (^{134}Ba^{16}OH$^+$, ^{135}Ba^{16}O$^+$), ^{153}Eu (^{136}Ba^{16}OH$^+$, ^{137}Ba^{16}O$^+$), ^{160}Gd (^{160}Dy*(2,34), ^{144}Nd^{16}O$^+$, ^{143}Nd^{16}OH$^+$, ^{144}Sm^{16}O$^+$), ^{159}Tb (^{143}Nd^{16}O$^+$), ^{163}Dy (^{146}Nd^{16}OH$^+$, ^{147}Sm^{16}O$^+$) и ^{164}Dy (^{164}Er*(1,61), ^{148}Nd^{16}O$^+$, ^{148}Sm^{16}O$^+$).

Затем проводят объединение результатов измерения массовой концентрации элемента, определенного по двум и более изотопам. При этом за результат измерения принимают среднее арифметическое X_n по всем используемым изотопам.

Расчет массовой доли каждого определяемого элемента C_n, %, проводят по формуле

$$C_n = 0{,}008 \cdot X_n, \quad (7)$$

где X_n — массовая концентрация определяемого элемента в растворе, мкг/дм^3;

0,008 — коэффициент, учитывающий массу анализируемого образца (50 мг), вместимость мерной колбы (200 см^3) и разбавление в 20 раз.

7.2.9.3 После обработки результатов измерений определяемых элементов, приведенных в таблице 9, необходимо провести объединение результатов, полученных двумя методами (АЭС-ИСП и МС-ИСП).

Таблица 9 — Элементы, определяемые АЭС-ИСП и МС-ИСП методами, и диапазоны их измерений

Определяемый элемент (компонент)		Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), %
Ниобий в пересчете на оксид	Nb_2O_5	0,020—30,0
Лантан	La	0,0050—10,0
Церий	Ce	0,010—20,0
Празеодим	Pr	0,010—2,0
Неодим	Nd	0,010—5,0
Самарий	Sm	0,0020—0,50
Европий	Eu	0,0020—0,20
Гадолиний	Gd	0,010—0,50
Тербий	Tb	0,010—0,10
Диспрозий	Dy	0,010—0,50
Гольмий	Ho	0,0020—0,050
Эрбий	Er	0,0050—0,20

Окончание таблицы 9

Определяемый элемент (компонент)		Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), %
Тулий	Tm	0,0010—0,020
Иттербий	Yb	0,0020—0,10
Лютеций	Lu	0,0050—0,020
Иттрий	Y	0,0020—2,0

На этой стадии осуществляется межметодный контроль результатов измерений, полученных атомно-эмиссионным и масс-спектральным методами по указанным элементам с учетом уровня их содержаний. Для этого проводят сравнение двух величин:

$$\left|C_{\text{АЭС-ИСП}} - C_{\text{МС-ИСП}}\right| \text{ и } \sqrt{\Delta^2_{\text{МС-ИСП}} + \Delta^2_{\text{АЭС-ИСП}}}, \quad (8)$$

где $C_{\text{АЭС-ИСП}}$ и $C_{\text{МС-ИСП}}$ — результаты определения массовой доли элемента в анализируемой пробе АЭС-ИСП и МС-ИСП методами, %;

$\Delta_{\text{АЭС-ИСП}}$ и $\Delta_{\text{МС-ИСП}}$ — границы погрешности определения массовой доли элемента в анализируемом растворе АЭС-ИСП и МС-ИСП методами, приведенные в приложении А, %.

Если $\left|C_{\text{АЭС-ИСП}} - C_{\text{МС-ИСП}}\right| < \sqrt{\Delta^2_{\text{МС-ИСП}} + \Delta^2_{\text{АЭС-ИСП}}}$, результаты МС-ИСП и АЭС-ИСП согласуются между собой.

Если $\left|C_{\text{АЭС-ИСП}} - C_{\text{МС-ИСП}}\right| > \sqrt{\Delta^2_{\text{МС-ИСП}} + \Delta^2_{\text{АЭС-ИСП}}}$, результаты МС-ИСП и АЭС-ИСП между собой не согласуются и выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

7.2.9.4 Для элементов, представленных в таблице 9, принимают средний результат единичных определений АЭС-ИСП и МС-ИСП в пробе.

За окончательный результат анализа для элементов, приведенных в таблице 10, принимают результат единичного определения АЭС-ИСП методом в образце пробы.

Таблица 10 — Элементы, определяемые АЭС-ИСП методом, и диапазоны их измерений

Определяемый элемент (компонент)		Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), %
Скандий	Sc	0,0050—0,10
Фосфор в пересчете на оксид	P_2O_5	1,0—40,0
Кальций в пересчете на оксид	CaO	0,20—20,0
Марганец	Mn	0,010—20,0
Железо	Fe	0,50—40,0

Для элементов, приведенных в таблице 11, принимают результат единичного определения МС-ИСП методом в образце пробы.

Таблица 11 — Элементы, определяемые МС-ИСП методом, и диапазоны их измерений

Определяемый элемент		Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента, %
Лантан	La	0,0020—0,0050
Церий	Ce	0,0050—0,010
Празеодим	Pr	0,0050—0,010
Неодим	Nd	0,0020—0,010

Окончание таблицы 11

Определяемый элемент		Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента, %
Гадолиний	Gd	0,0020—0,010
Тербий	Tb	0,0010—0,010
Диспрозий	Dy	0,0020—0,010
Гольмий	Ho	0,0010—0,0020
Эрбий	Er	0,0010—0,0050
Тулий	Tm	0,00050—0,0010
Иттербий	Yb	0,0010—0,0020
Лютеций	Lu	0,00050—0,0050

7.2.9.5 Оперативный контроль внутрилабораторной прецизионности проводят с использованием рабочих проб при вариации различных факторов (время, исполнители, реактивы, оборудование и т. п.) путем сравнения результата контрольной процедуры D_k, равного расхождению двух результатов измерений (первичного — C_1 и повторного — C_2) массовой доли элемента (компонента) в одной и той же пробе с нормативом (пределом) контроля $R_л$, приведенным в приложении А.

Внутрилабораторную прецизионность признают удовлетворительной, если:

$$D_k = |C_1 - C_{2|}| \le R_л. \quad (9)$$

Выбор значения $R_л$ проводят по величине $\overline{C} = \frac{C_1 + C_2}{2}$.

При превышении норматива оперативного контроля анализ повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

При необходимости исполнитель анализа выполняет контроль повторяемости результатов. Предел повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений лаборатория устанавливает при внедрении методики. Предел повторяемости не должен превышать предел внутрилабораторной прецизионности (приложение А).

При превышении предела повторяемости анализ повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

7.2.10 Результат измерений массовой доли определяемых элементов (компонентов) в руде представляют в виде:

$$C \pm \Delta \text{ при } P = 0{,}95,$$

где C — результат определения массовой доли элемента, %;

Δ — доверительные границы погрешности измерений, массовая доля, %, приведены в приложении А.

Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение доверительных границ погрешности (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$).

7.2.11 Образцами для контроля точности являются стандартные образцы или аттестованные смеси, близкие по составу к анализируемым пробам. Погрешность аттестованного значения стандартного образца должна быть не более одной трети от характеристики погрешности результатов анализа.

Алгоритм проведения оперативного контроля точности с применением образцов для контроля состоит в сравнении результата контрольной процедуры K_K, равного разности между результатом контрольного измерения аттестованной характеристики в образце для контроля — C и его аттестованным значением — C_0, с нормативом контроля K.

Точность контрольного измерения С признают удовлетворительной, если:

$$|K_K| = |C - C_0| \le K, \quad (10)$$

где C — результат определения массовой доли элемента, %;

C_0 — значение аттестованной характеристики в образце для контроля, %.

Норматив контроля погрешности (точности) K вычисляют по формуле

$$K = \Delta \text{ при } P = 0{,}95. \quad (11)$$

Значения Δ приведены в приложении А. Выбор значения Δ проводят по значениям C_0.

При невыполнении условия (10) точность контрольного определения C признают неудовлетворительной и анализ повторяют. При повторном невыполнении условия процесс анализа приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Оперативный контроль точности проводят с каждой партией проб, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе.

7.3 Определение полезных компонентов и примесей рентгенофлуоресцентным (РФА) методом анализа

7.3.1 Определение ниобия, редкоземельных элементов (лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция, иттрия, скандия), марганца и железа рентгенофлуоресцентным методом выполняется в следующей последовательности:

- подготовка проб для анализа (изготовление таблеток из анализируемых проб, стандартных образцов и аттестованных смесей);
- измерение массовых долей (в процентах) Nb, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Y, Sc, Mn и Fe в изготовленных таблетках стандартных образцов и аттестованных смесях для построения градуировочных характеристик и учета наложения характеристических линий других элементов на аналитические линии определяемых элементов;
- измерение массовых долей (в процентах) анализируемых элементов (компонентов) в пробах;
- оперативный контроль внутрилабораторной прецизионности и правильности.

Общие требования в соответствии с 7.2.5.

7.3.2 Диапазоны измерений массовых долей определяемых элементов (компонентов) приведены в таблице 12.

7.3.3 Значения среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и доверительных границ погрешности измерений массовых долей определяемых элементов (компонентов) (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) РФА методом анализа приведены в приложении А.

Таблица 12 — Перечень и диапазоны измерений массовых долей определяемых элементов (компонентов) рентгенофлуоресцентным методом анализа

Определяемый элемент (компонент)		Диапазоны измерений массовой доли элемента (компонента), %
Ниобий в пересчете на оксид	Nb_2O_5	0,10—30,0
Лантан	La	0,10—10,0
Церий	Ce	0,10—20,0
Празеодим	Pr	0,020—1,0
Неодим	Nd	0,050—5,0
Самарий	Sm	0,010—0,50
Европий	Eu	0,0020—0,20
Гадолиний	Gd	0,010—0,50
Тербий	Tb	0,0010—0,10
Диспрозий	Dy	0,0050—0,50
Гольмий	Ho	0,0020—0,10
Эрбий	Er	0,0020—0,20
Тулий	Tm	0,0010—0,020
Иттербий	Yb	0,0020—0,10

Окончание таблицы 12

Определяемый элемент (компонент)		Диапазоны измерений массовой доли элемента (компонента), %
Лютеций	Lu	0,0010—0,020
Иттрий	Y	0,010—2,0
Скандий	Sc	0,0050—0,10
Железо	Fe	1,0—10,0
Марганец	Mn	0,020—1,0

7.3.4 Измерения массовых долей определяемых элементов в редкометалльных и редкоземельных рудах проводят рентгенофлуоресцентным методом. Метод основан на зависимости интенсивности вторичного рентгеновского излучения (флуоресценции) элемента от его массовой доли в пробе. Возбуждаемое первичным рентгеновским излучением характеристическое излучение элементов пробы разлагается в спектр с последующим измерением аналитических сигналов и определением массовой доли элементов с помощью градуировочных характеристик.

Длины волн аналитических линий определяемых элементов и условия измерений их интенсивностей приведены в приложении Д. Для уменьшения фона на линии Nb используется фильтр для первичного излучения из медно-цинкового сплава толщиной 100 мкм, для Y — алюминиевый фильтр толщиной 200 мкм.

Для выбора местоположений фонов на последовательном рентгеновском спектрометре с волновой дисперсией следует снять спектр флуоресцентных линий стандартного образца состава руды редких металлов в диапазоне от Mo $K\beta_1$-линии до P $K\alpha_1$-линии и визуально отметить точки спектра, где наблюдаются четко выраженные минимумы интенсивностей. Эти точки принять как фоновые для ближайших аналитических линий определяемых элементов (может быть один фон для линий нескольких элементов). Спектральное положение пиков аналитических линий X^i и точек фона $X^i_{ф1}$ и $X^i_{ф2}$ приведено в приложении Е.

Для учета влияния общего состава пробы на результаты анализа используется способ стандарта-фона, где в качестве стандарта используется интенсивность некогерентно рассеянного пробой Rh $K\beta$-С излучения характеристической линии материала анода рентгеновской трубки.

Масса навески пробы анализируемого материала должна быть достаточной, чтобы изготовить таблетку с толщиной слоя, обеспечивающей «насыщенный слой».

Расчет интенсивности фона под аналитической линией ($I^i_ф$) производится по формуле:

$$I^i_ф = F_1{}^i \cdot I^i_{ф1} + F^i_2 \cdot I^i_{ф2}, \qquad (12)$$

где $F_1{}^i = (X^i - X^i_{ф2}) / (X^i_{ф1} - X^i_{ф2})$ — результат расчета, приведенный в приложении Е;

$F_2{}^i = (X^i - X^i_{ф1}) / (X^i_{ф2} - X^i_{ф1})$ — результат расчета, приведенный в приложении Е;

$I^i_{ф1}$ и $I^i_{ф2}$ — измеренные интенсивности в фоновых точках $X^i_{ф1}$ и $X^i_{ф2}$ i-го элемента, соответственно.

Для определения массовых долей элементов в анализируемой пробе измеряют интенсивности аналитической линии рентгеновского флуоресцентного излучения каждого определяемого i-го элемента ($I_{2,i}$, имп/с), интенсивности фонов в заданных фоновых точках (приложение Е) и интенсивности некогерентно рассеянного первичного излучения характеристической линии анода рентгеновской трубки ($I_{нк}$, имп/с).

При вычислении содержания определяемых элементов (компонентов) в расчетной формуле используют приведенные интенсивности, рассчитанные по формуле

$$I_i = (I_{2,i} - I^i_ф)/I_{нк}, \qquad (13)$$

где $I_{2,i}$ — интенсивность рентгеновского флуоресцентного излучения аналитической линии каждого определяемого i-го элемента, имп/с,

$I^i_ф$ — интенсивность фона под аналитической линией, вычисленная по формуле (12), имп/с;

$I_{нк}$ — интенсивность некогерентно рассеянного первичного излучения характеристической линии анода рентгеновской трубки, имп/с.

Спектральные линии мешающих элементов, содержащихся в пробе, дают вклад в интенсивности аналитических линий и интенсивности в точках фона определяемых элементов. Для учета наложения

спектральных линий мешающего j-го элемента на аналитическую линию определяемого i-го элемента используются коэффициенты наложения B_{ij}, которые определяются экспериментально. Для этого следует приготовить согласно 7.3.6.5 искусственные смеси на основе диоксида кремния (SiO_2), в каждую искусственную смесь внести только один мешающий j-й элемент (моноэлементные смеси). Необходимо измерить интенсивности аналитической линии и фона i-го элемента (в положениях X^i, $X^i_{ф1}$, $X^i_{ф2}$ из приложения Е) и аналитической линии и фона j-го элемента (в положениях X^j, $X^j_{ф1}$, $X^j_{ф2}$ из приложения Е) в каждой из приготовленных моноэлементных ИС. Коэффициенты наложения B_{ij} рассчитываются по формуле

$$B_{ij} = I_i / I_j, \tag{14}$$

где I_i, I_j — преобразованные интенсивности определяемых i-го и j-го элементов, вычисленные по формуле (13), имп/с.

При прямом наложении линии мешающего элемента на аналитическую линию определяемого элемента коэффициент $B_{ij} > 0$, при наложении в положение фонов, используемых для расчета фона под аналитической линией, коэффициент $B_{ij} < 0$.

Кроме того, определение массовой доли анализируемого элемента (компонента) должно учитывать наличие краев поглощения мешающих элементов с длинноволновой стороны от аналитической линии (эффект селективного поглощения) и характеристических линий мешающих элементов с коротковолновой стороны от края поглощения аналитической линии определяемого элемента (эффект селективного возбуждения). Элементы, характеристические линии которых расположены между некогерентно рассеянной Kβ-линией анода и аналитическими линиями анализируемых элементов, также мешают достоверному определению их массовой доли (например, большие концентрации Nb, Zr, Y и Sr). В этом случае вторичное рентгеновское излучение упомянутых элементов, наравне с излучением анода, участвует в возбуждении аналитических линий других определяемых элементов.

В приложении Ж приведены значения величин энергии аналитических линий определяемых элементов и их края поглощения (в кэВ), а также края поглощения и характеристические линии мешающих элементов (в кэВ).

Для учета всех вышеперечисленных эффектов влияния используется метод α-коррекции, когда концентрации элементов определяются по уравнениям связи, в которых применяется математическая модель формирования аналитического сигнала. Численные значения коэффициентов влияния устанавливаются экспериментально на искусственную смесь известного состава. Состав таких смесей должен быть близок к составу анализируемых проб. Способ приготовления искусственных смесей приведен в 7.3.6.4, 7.3.6.5.

Для расчета массовых долей определяемых элементов (C_i, %) по преобразованным интенсивностям используется линейная калибровочная модель, в основу которой положено уравнение Лукас-Туса и Прайса:

$$C_i = B_i - \sum_{j \neq i}^{n} \left(B_{ij} \cdot I_i \right) + K_i \cdot I_i + \sum_{j=1}^{n} \left(K_{ij} \cdot I_i \cdot I_j \right), \tag{15}$$

где I_i, I_j — преобразованные интенсивности определяемых i-го и j-го элементов, вычисленные по формуле (13), имп/с;

B_i — поправка, которая учитывает возможное превышение интенсивности аналитической линии над фоном при содержании определяемого элемента $C_i = 0$ или «отрицательную» интенсивность аналитической линии, что связанно с погрешностью выбора точек фона;

B_{ij} — коэффициенты наложения спектральных линий j-го элемента на аналитическую линию или на положение фона определяемого i-го элемента;

K_i — коэффициенты, определяющие концентрации элементов в образце как функции преобразованных интенсивностей их аналитических линий;

K_{ij} — коэффициенты влияния, учитывающие взаимные матричные эффекты селективного поглощения и/или возбуждения аналитической линии определяемого i-го элемента в присутствии j-го элемента, наличие элементов с высокой концентрацией, характеристические линии которых находятся между аналитической линией определяемого элемента и некогерентно рассеянной Kβ-линией анода, а также уменьшение интенсивностей всех аналитических линий в присутствии больших содержаний (> 10 %) породообразующих элементов (P, Ca, Ti, Mn, Fe, Ba).

Коэффициенты B_i, B_{ij}, K_i и K_{ij} определяют экспериментально.

7.3.5 Средства измерений, испытательное и вспомогательное оборудование, стандартные образцы, материалы, реактивы

7.3.5.1 Средства измерений:

- последовательный вакуумный рентгенофлуоресцентный спектрометр с волновой дисперсией в комплекте с рентгеновской трубкой с родиевым (серебряным, палладиевым) анодом мощностью не менее 3 кВт и бериллиевым окном толщиной не более 75 мкм;
- весы аналитические лабораторные специального класса точности по ГОСТ Р 53228;
- весы аналитические лабораторные среднего класса точности по ГОСТ Р 53228.

7.3.5.2 Испытательное и вспомогательное оборудование и посуда:

- пресс электромеханический или ручной, обеспечивающий прилагаемое усилие не менее 70 кН (7 тонн);
- пресс-форма для формирования прессованных таблеток диаметром 40 мм;
- шкаф сушильный с регулируемой температурой нагрева не ниже 110 °С;
- лабораторная нагревательная плита с регулируемой температурой нагрева по ГОСТ 14919;
- тигли фарфоровые низкие № 5 по ГОСТ 9147;
- стакан лабораторный стеклянный В-1 1000 $см^3$ ТХС по ГОСТ 25336;
- колба коническая с притертой пробкой вместимостью 500 $см^3$ ТХС по ГОСТ 25336;
- капельница стеклянная 2-50ХС по ГОСТ 25336;
- палочки стеклянные длиной 220 мм, диаметром 4 мм из стекла ХС 1 по ГОСТ 21400.

7.3.5.3 Стандартные образцы состава, аттестованные смеси и контрольные пробы:

- стандартные образцы состава руд редких металлов с аттестованными характеристиками массовых долей определяемых элементов;
- аттестованные смеси (АС) на основе диоксида кремния с заданным значениями массовых долей (в процентах) каждого отдельного присутствующего в пробах элемента (моноэлементные смеси);
- аттестованные смеси, по химическому составу приближенные к составу анализируемых проб;
- контрольные пробы (КП) руд редких металлов известного состава (проанализированные стандартизованными или аттестованными методиками химического анализа и соответствующие по составу и физико-химическим свойствам анализируемым пробам).

7.3.5.4 Реактивы и материалы, в том числе:

- поливиниловый спирт (ПВС) по ГОСТ 10779;
- ткань хлопчатобумажная (бязь) по ГОСТ 29298;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- спирт этиловый по ГОСТ 5962;
- диоксид кремния крупностью не более 0,045 мм (300 меш);
- оксиды или углекислые соли редких, редкоземельных и радиоактивных элементов марки «х.ч.» или «ч.д.а.».

7.3.6 Подготовка к выполнению анализа

7.3.6.1 Для приготовления клея с массовой долей поливинилового спирта 4 % в стакан вместимостью 1000 $см^3$ наливают 480 $см^3$ дистиллированной воды, ставят на плитку, нагретую до 100 °С, и доводят до кипения. В кипящую воду небольшими порциями при постоянном помешивании вносят навеску поливинилового спирта массой 20 г. Кипятят 2—3 минуты до полного растворения ПВС. Затем снимают стакан с плитки и, периодически помешивая, не давая образоваться комкам и пленке на поверхности, охлаждают клей. Готовый клей переливают в коническую колбу с притертой крышкой, при необходимости процеживая через бязь.

7.3.6.2 Все анализируемые пробы, аттестованные смеси и стандартные образцы, используемые для получения градуировочных характеристик спектрометра, должны иметь одинаковую крупность.

Пробы истирают до крупности 0,045 мм (300 меш). Влажные пробы предварительно просушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С.

Подготовленные порошкообразные пробы, стандартные образцы, аттестованные смеси прессуются в таблетки. В случае, если собственные связующие свойства порошка пробы недостаточны, то используется связующий компонент, приготовленный по 7.3.6.1 из расчета 1 капля клея на 1 г порошка (пробы, стандартного образца, аттестованной смеси).

7.3.6.3 Для определения коэффициентов наложения B_{ij} и коэффициентов учета селективных эффектов K_{ij} готовятся аттестованные смеси с использованием стандартных образцов и химических реактивов.

Навески стандартных образцов и реактивов, взятые на весах специального класса точности, смешиваются под слоем чистого этилового спирта до полного его испарения; смешивание повторяют 3 раза. Объем расходуемого спирта при каждом таком смешивании равен объему приготавливаемой аттестованной смеси.

Таблетки из стандартных образцов и аттестованных смесей готовят по 7.3.6.5.

7.3.6.4 Навеску пробы массой 10 г, взятую на весах среднего класса точности, помещают в фарфоровый тигель, с помощью капельницы добавляют 10 капель клея и перемешивают стеклянной палочкой в течение 30—90 секунд до получения однородной консистенции без комочков. Далее пробу пересыпают из тигля в пресс-форму диаметром 40 мм и прессуют прессом в таблетку под усилием не менее 70 кН (7 т). Перед анализом полученные таблетки сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С не менее 1 часа.

7.3.6.5 Последовательный рентгенофлуоресцентный спектрометр с волновой дисперсией готовят к измерениям согласно инструкции по эксплуатации.

7.3.7 Построение градуировочных характеристик

7.3.7.1 Для построения градуировочных характеристик и определения коэффициентов B_i, B_{ij}, K_i и K_{ij} в уравнении (15) измеряют интенсивности аналитических линий и интенсивности в фоновых точках определяемых и мешающих элементов в образцах для градуировки, в качестве которых используют:

- стандартные образцы с аттестованными значениями массовых долей элементов, попадающими в диапазон содержаний, указанных в таблице 12;
- контрольные пробы известного состава, проанализированные стандартизованными или аттестованными методиками химического анализа и соответствующие по составу и физико-химическим свойствам анализируемому материалу;
- моноэлементные аттестованные смеси на основе диоксида кремния с заданным содержанием каждого отдельного присутствующего в пробах элемента (7.3.5.3);
- аттестованные смеси для определения коэффициентов учета эффектов влияния, по химическому составу приближенные к составу анализируемых проб (7.3.5.3).

При значительных изменениях состава анализируемых проб необходимо использовать несколько стандартных образцов и контрольных проб различного химического состава.

7.3.7.2 В градуировке для расчета массовых долей (в процентах) каждого элемента задать нормировку на интенсивность линии некогерентно рассеянного излучения анода *Kβ-C*.

7.3.7.3 Коэффициенты наложения характеристических линий других элементов на аналитические линии определяемых элементов B_{ij} рассчитываются по формуле (14). Используются аттестованные смеси с заданным содержанием каждого отдельного присутствующего в пробах элемента, линии которого накладываются на аналитические линии. Эти коэффициенты при дальнейших расчетах не меняются.

7.3.7.4 Затем используются измерения всех остальных градуировочных образцов из 7.3.7.1. Для выбранного диапазона массовых долей (в процентах) определяемых элементов, используя метод множественной регрессии с минимизацией стандартного отклонения по методу наименьших квадратов, коэффициенты B_i, K_i и K_{ij} подбираются таким образом, чтобы получить линейный график зависимости интенсивности $I_i^{испр.}$, исправленной на эффекты наложения и взаимного влияния элементов друг на друга, от массовой доли элемента (C_i). В современных спектрометрах поправочные коэффициенты рассчитываются автоматически при наличии соответствующего программного обеспечения прибора.

7.3.7.5 Контроль стабильности градуировочных характеристик и правильности получаемых результатов анализа проводят одновременно с измерением анализируемых проб.

Для этого необходимо проанализировать не менее трех стандартных образцов или контрольных проб, участвующих в градуировке, на каждый диапазон массовых долей (в процентах) определяемых элементов.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении следующего условия:

$$|C - C_0| \leq 0{,}33\,\Delta, \qquad (16)$$

где C — результат контрольного измерения массовой доли определяемого элемента в образце для градуировки, %;

C_0 — аттестованное значение массовой доли определяемого элемента в образце для градуировки, %;

Δ — границы погрешности измерений, соответствующие C_0, указанные в таблице А.1 приложения А.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца градуировки, необходимо выполнить повторное его измерение с целью исключения результата, содержащего грубую ошибку (промах).

Если градуировочная характеристика нестабильна, что может быть вызвано изменением условий анализа (сдвиг спектральной и амплитудной кривых в соответствующих каналах, уменьшение интенсивности первичного возбуждающего излучения, связанное со «старением» рентгеновской трубки и т. д.), выясняют причины. После устранения несоответствий повторяют процедуру контроля стабильности. В случае повторения ситуации строят новые градуировочные характеристики.

7.3.8 Измерения производят в следующей последовательности. Анализируемый образец, подготовленный по 7.3.6.5, помещают в спектрометр. Выбирается программа анализа, задается номер пробы и запускается анализ, где последовательно измеряются интенсивности рентгеновского излучения заданных аналитических линий каждого элемента ($I_{2,i}$), интенсивности в одной или двух точках фона ($I^i_{ф1}$) и ($I^i_{ф2}$), как задано в программе, и интенсивность некогерентно рассеянной $K\beta$-линии анода $I_{нк}$.

Действия повторяют для измерения остальных проб.

7.3.9 Обработка результатов измерений

7.3.9.1 Интенсивность фона $I_ф$ аналитической линии каждого i-го определяемого элемента от анализируемой пробы находят подстановкой $I^i_{ф1}$ и $I^i_{ф2}$ в уравнение (12). Значения коэффициентов F^i_1 и F^i_2 для выбранных положений фонов приведены в приложении Е.

Интенсивности аналитических линий за вычетом фона нормируются на интенсивность некогерентно рассеянной $K\beta$-линии анода $I_{нк}$ как для определяемых элементов, так и для мешающих элементов по формуле (13).

7.3.9.2 За результат принимают значение массовых долей (в %) каждого определяемого элемента (компонента), вычисленное по уравнению (15) с использованием значений коэффициентов B_i, B_{ij}, K_i и K_{ij}, определенных согласно 7.3.7.4. В современных спектрометрах массовые доли элементов (компонентов) вычисляются автоматически с помощью программного обеспечения прибора.

7.3.9.3 За конечный результат анализа проб принимают результат единичного определения массовой доли элемента (компонента) (в %) в рабочей пробе при условии положительного внутреннего приемочного контроля партии.

7.3.9.4 Оперативный контроль внутрилабораторной прецизионности проводят с использованием рабочих проб при вариации различных факторов (время, исполнители, реактивы, оборудование и т. п.) и при необходимости контроль повторяемости результатов проводят в соответствии с 7.2.9.5.

7.3.10 Оформление результатов измерений элементов (компонентов) РФА методом проводят в соответствии с 7.2.10.

7.3.11 Контроль точности результатов измерений элементов (компонентов) РФА методом проводят в соответствии с 7.2.11. При этом образцами для контроля точности являются стандартные образцы или аттестованные смеси, близкие по составу к анализируемым пробам.

Возможно использование межметодного контроля точности.

7.4 Определение массовой доли влаги

7.4.1 Метод измерений — гравиметрический. Основан на измерении потери массы руды при высушивании анализируемой пробы при температуре (105 ± 5) °С до постоянной массы. Диапазон измерений массовой доли воды от 1,0 % до 15,0 %.

7.4.2 Используют следующие средства измерений, испытательное и вспомогательное оборудование, материалы, реактивы:

- часы электронные по ГОСТ 23350 или таймер любого типа по соответствующим нормативным документам;
- весы электронные по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности;
- шкаф сушильный лабораторный с автоматическим регулированием температуры от 50 °С до 300 °С, обеспечивающий стабильность температуры в установившемся тепловом режиме ±5 °С;
- эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем (хлористый кальций или силикагель);
- противень металлический;
- совок химический лабораторный;
- делитель проб любого типа;
- кальций хлористый, предварительно прокаленный при температуре (250—300) °С в течение 1—2 ч;
- силикагель-индикатор по ГОСТ 8984, высушенный при температуре от 115 °С до 125 °С.

7.4.3 Подготовка к анализу

7.4.3.1 Точечные пробы руды, полученные по 7.1.2, соединяют вместе в объединенную пробу массой около 10 кг, тщательно перемешивают и сокращают методом последовательного квартования или с использованием делителя до получения двух проб массой около 1 кг каждая. Обе пробы помещают в емкости с плотно закрывающейся крышкой и используют для анализа. На емкость наклеивают этикетку с указанием наименования продукции, номера пробы, даты и времени отбора пробы.

7.4.3.2 Противни для высушивания проб руды сушат в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре (105 ± 5) °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Результат взвешивания записывают до второго десятичного знака.

Постоянной считают массу, если разность между двумя последовательными взвешиваниями не превышает значения 0,2 г.

7.4.4 На подготовленный по 7.4.3.2 противень помещают полную пробу (навеску) руды массой примерно 1 кг (см. 7.4.3.1), равномерно распределяют пробу по всей поверхности противня и взвешивают. Результаты всех взвешиваний записывают до второго десятичного знака. Противень с навеской сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С до постоянной массы. Первое взвешивание выполняют после двух часов сушки, последующие — через каждый час. Перед каждым взвешиванием пробу охлаждают в эксикаторе в течение одного часа до комнатной температуры.

Постоянной считают массу, если разность между двумя последовательными взвешиваниями не превышает значения 2 г.

Анализ массовой доли воды выполняют с использованием двух параллельных навесок.

7.4.5 Обработка результатов

Массовую долю воды X, %, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(M - M_2) \cdot 100}{M - M_1}, \quad (17)$$

где M — масса противня с навеской руды до высушивания, г;

M_1 — масса противня, г;

M_2 — масса противня с навеской руды после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета на процентную концентрацию.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости и абсолютное расхождение между параллельными определениями не превышает значения предела повторяемости r, приведенного в таблице 13.

Таблица 13 — Метрологические характеристики и диапазоны измерений

Диапазон измерений массовой доли влаги, %	Границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$, δ, %	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости σ_r, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости σ_R, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов параллельных определений) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости) R, %
От 1,0 до 15,0 вкл.	24	11	12	30	33

7.5 Определение максимальной крупности кусков

7.5.1 Для каждой десятой контролируемой партии перед дроблением по 7.1.3 общую пробу просеивают через сито с ячейками 75 мм. Если вся проба прошла через сито, то максимальную крупность кусков руды считают соответствующей требованиям настоящего стандарта.

7.5.2 Допускается использовать автоматизированные устройства для контроля крупности транспортируемого конвейером кускового материала.

7.6 Определение эффективной удельной активности радионуклидов

7.6.1 Определение удельной активности природных радионуклидов проводят с использованием гамма-спектрометрических, радиометрических или других методов в соответствии с аттестованными в установленном порядке методиками.

7.6.2 Значение удельной эффективной активности природных радионуклидов вычисляют по формуле (см. 5.3.4 [2] и 3.2.1 [1])

$$A_{Эфф} = A_{Ra} + 1,3 \cdot A_{Th} + 0,09 \quad A_K, \quad (18)$$

где A — эффективная удельная активность, Бк/кг;

A_{Ra} и A_{Th} — удельные активности радия-226 и тория-232, находящихся в радиоактивном равновесии с остальными членами уранового и ториевого рядов, Бк/кг;

A_K — удельная активность калия-40, Бк/кг.

7.6.3 При определении природных радионуклидов методами химического анализа расчет их удельных активностей ($A_{прн}$) может проводиться по формуле

$$A_{прн} = 0{,}01 \quad C_{прн} \cdot \bar{A}_{прн}, \tag{19}$$

где $C_{прн}$ — массовая доля радионуклида, %;

$\bar{A}_{прн}$ — справочная константа для каждого конкретного радионуклида, радиоактивность 1 килограмма радионуклида, Бк.

7.6.4 Класс руды как минерального сырья, содержащего природные радионуклиды, устанавливается согласно разделу V [1] при оформлении протокола измерений.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Транспортирование, общие требования

8.1.1 Транспортирование руд редких металлов с удельной эффективной активностью природных радионуклидов не более 10 кБк/кг осуществляется всеми видами транспорта как безопасных грузов в радиационном отношении с учетом требований 5.5 [1].

8.1.2 Транспортирование руды с удельной эффективной активностью природных радионуклидов более 10 кБк/кг осуществляется в соответствии с [3], [11] и требованиям к перевозке опасных грузов класса 7, установленных действующими нормативными документами для соответствующих видов транспорта.

Руды, содержащие только природные радионуклиды, относятся к материалам с низкой удельной активностью (НУА-1 или LSA-I).

Транспортирование руд редких металлов, отнесенных к материалам с низкой удельной активностью НУА-1, осуществляется всеми видами транспорта с учетом требований 5.9—5.12 [11] и разделов 3, 4 [3] в отношении требований к упаковке I транспортной категории.

8.2 Требования к упаковке

8.2.1 Транспортирование руд редких металлов, содержащих природные радионуклиды, осуществляется как перевозка грузов, безопасных в радиационном отношении, в таре для продукции производственно-технического назначения, исключающей их рассеяние, если мощность дозы излучения на поверхности груза этих материалов превышает 1,0 мкЗв/ч (см. 5.5 [1]).

8.2.2 Упаковка (тара) для транспортировки руд редких металлов с удельной эффективной активностью природных радионуклидов более 10 кБк/кг должна соответствовать требованиям к промышленной упаковке типа 1 (IP-1) согласно 1.3.2.2 [11] с учетом санитарно-гигиенических требований к упаковке I транспортной категории по [3].

Руды редких металлов могут транспортироваться в мягких контейнерах разового использования или контейнерах другого типа в соответствии с действующими, утвержденными в установленном порядке, требованиями погрузки и безопасной перевозки опасных грузов на автомобильном, железнодорожном, водном транспорте.

8.3 Хранение

8.3.1 Хранение руд редких металлов с удельной эффективной активностью природных радионуклидов менее 10 кБк/кг осуществляется на складах общего назначения.

8.3.2 Хранение руд редких металлов с удельной эффективной активностью природных радионуклидов более 10 кБк/кг осуществляется на складах, в условиях, исключающих доступ посторонних лиц. Временное хранение возможно на специально выделенных местах складов общего назначения и специально оборудованных складах железнодорожных станций, портов, аэропортов, грузовых автостанций с учетом требований [11] при соблюдении требований радиационной безопасности [3].

8.4 Погрузочно-разгрузочные операции

8.4.1 Погрузочно-разгрузочные операции с грузом руды с удельной эффективной активностью природных радионуклидов менее 10 кБк/кг осуществляются по технологическим картам, проектам производства работ в соответствии с требованиями федеральных норм и правил в области промышленной безопасности.

8.4.2 Погрузочно-разгрузочные операции с грузом руды с удельной эффективной активностью природных радионуклидов более 10 кБк/кг, их подготовка к отправке и загрузка на перевозочное сред-

ство, а также аналогичные операции при выгрузке должны производиться в соответствии с руководством по эксплуатации упаковочного комплекта и перевозочного средства [11] (пункт 5.1.9), а также в соответствии с нормами, действующими на определенном виде транспорта (автомобильном, железнодорожном, водном или воздушном). Запланированные перегрузки в процессе перевозки должны производиться по возможности непосредственно с одного перевозочного средства на другое.

В местах перегрузки груза не допускается нахождение посторонних лиц [11] (пункт 5.1.10).

8.5 Транспортирование на отдельных видах транспорта

8.5.1 Перевозка автотранспортом руд редких металлов определяется порядком организации перевозки различных видов грузов автомобильным транспортом, обеспечения сохранности грузов, транспортных средств и контейнеров, а также условиями перевозки грузов и предоставления транспортных средств для такой перевозки и осуществляется в соответствии с требованиями [12].

8.5.2 Перевозка на железнодорожном транспорте осуществляется в соответствии с требованиями [13].

8.5.3 Перевозка морским транспортом осуществляется в соответствии с [14].

Перевозка речным транспортом осуществляется в соответствии с [15] (Глава XI. Перевозки грузов).

8.5.4 Перевозка воздушным транспортом осуществляется в соответствии с [16].

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие продукции требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

9.2 Гарантийный срок хранения руды устанавливают в нормативных документах предприятия-поставщика.

Приложение А
(обязательное)

Характеристики погрешности АЭС-ИСП, МС-ИСП и РФА методов измерений

Таблица А.1 — Диапазоны измерений, значения среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и доверительных границ погрешности измерений при доверительной вероятности P = 0,95, выполненных АЭС-ИСП, МС-ИСП и РФА методами

Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), %	Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности $\sigma_{Rп}$, массовая доля, %	Предел внутрилабораторной прецизионности (для двух результатов измерений) $R_п$, массовая доля, %	Доверительные границы погрешности Δ (P = 0,95), массовая доля, %
1 Ниобий в пересчете на оксид (Nb_2O_5)			
От 0,020 до 0,050 вкл.	0,16С	0,37С	0,32С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,13С	0,30С	0,26С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,11С	0,26С	0,22С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,092С	0,21С	0,19С
Св. 0,50 до 1,0 вкл.	0,078С	0,18С	0,15С
Св. 1,0 до 2,0 вкл.	0,063С	0,15С	0,12С
Св. 2,0 до 5,0 вкл.	0,050С	0,12С	0,10С
Св. 5,0 до 10,0 вкл.	0,045С	0,10С	0,088С
Св. 10,0 до 20,0 вкл.	0,045С	0,10С	0,088С
Св. 20,0 до 30,0 вкл.	0,045С	0,10С	0,088С
2 Лантан (La)			
От 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,23С	0,54С	0,45С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,19С	0,44С	0,37С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,17С	0,40С	0,33С
Св. 0,50 до 1,0 вкл.	0,14С	0,33С	0,27С
Св. 1,0 до 2,0 вкл.	0,13С	0,28С	0,25С
Св. 2,0 до 5,0 вкл.	0,10С	0,23С	0,20С
Св. 5,0 до 10,0 вкл.	0,092С	0,21С	0,19С
3 Церий (Ce)			
От 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,22С	0,51С	0,43С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,18С	0,42С	0,35С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,15С	0,35С	0,29С

Продолжение таблицы А.1

Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), %	Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности $\sigma_{Rл}$, массовая доля, %	Предел внутрилабораторной прецизионности (для двух результатов измерений) $R_л$, массовая доля, %	Доверительные границы погрешности Δ (P = 0,95), массовая доля, %
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,13С	0,28С	0,25С
Св. 0,50 до 1,0 вкл.	0,10С	0,23С	0,20С
Св. 1,0 до 2,0 вкл.	0,083С	0,19С	0,16С
Св. 2,0 до 5,0 вкл.	0,067С	0,16С	0,13С
Св. 5,0 до 10,0 вкл.	0,055С	0,13С	0,11С
Св. 10,0 до 20,0 вкл.	0,048С	0,11С	0,094С
4 Празеодим (Pr)			
От 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,23С	0,54С	0,45С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,19С	0,44С	0,37С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,17С	0,40С	0,33С
Св. 0,50 до 1,0 вкл.	0,14С	0,33С	0,27С
Св. 1,0 до 2,0 вкл.	0,13С	0,28С	0,25С
5 Неодим (Nd)			
От 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,24С	0,56С	0,47С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,21С	0,49С	0,41С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,18С	0,42С	0,35С
Св.,10 до 0,20 вкл.	0,16С	0,37С	0,31С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,14С	0,33С	0,27С
Св. 0,50 до 1,0 вкл.	0,13С	0,30С	0,25С
Св. 1,0 до 2,0 вкл.	0,11С	0,26С	0,22С
Св. 2,0 до 5,0 вкл.	0,11С	0,26С	0,22С
6 Самарий (Sm)			
От 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,22С	0,51С	0,43С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,18С	0,42С	0,35С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,15С	0,35С	0,29С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,13С	0,30С	0,25С

Продолжение таблицы А.1

Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), %	Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности $\sigma_{Rл}$, массовая доля, %	Предел внутрилабораторной прецизионности (для двух результатов измерений) $R_л$, массовая доля, %	Доверительные границы погрешности Δ (P = 0,95), массовая доля, %
7 Европий (Eu)			
От 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,24С	0,56С	0,47С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,21С	0,49С	0,41С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,18С	0,42С	0,35С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,16С	0,37С	0,31С
8 Гадолиний (Gd)			
От 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,22С	0,51С	0,43С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,18С	0,42С	0,35С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,15С	0,35С	0,29С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,13С	0,30С	0,25С
9 Тербий (Tb)			
От 0,0010 до 0,0020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,24С	0,56С	0,47С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,21С	0,49С	0,41С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,18С	0,42С	0,35С
10 Диспрозий (Dy)			
От 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,24С	0,56С	0,47С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,21С	0,49С	0,41С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,18С	0,42С	0,35С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,16С	0,37С	0,31С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,14С	0,33С	0,27С
11 Гольмий (Ho)			
От 0,0010 до 0,0020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С

Продолжение таблицы А.1

Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), %	Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности $\sigma_{Rл}$, массовая доля, %	Предел внутрилабораторной прецизионности (для двух результатов измерений) $R_л$, массовая доля, %	Доверительные границы погрешности Δ (P = 0,95), массовая доля, %
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
12 Эрбий (Er)			
От 0,0010 до 0,0020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,24С	0,56С	0,47С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,21С	0,49С	0,41С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,18С	0,42С	0,35С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,16С	0,37С	0,31С
13 Тулий (Tm)			
От 0,00050 до 0,0010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0010 до 0,0020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
14 Иттербий (Yb)			
От 0,0010 до 0,0020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,24С	0,56С	0,47С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,21С	0,49С	0,41С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,18С	0,42С	0,35С
15 Лютеций (Lu)			
От 0,00050 до 0,0010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0010 до 0,0020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,24С	0,56С	0,47С
16 Иттрий (Y)			
От 0,0020 до 0,0050 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С

Продолжение таблицы А.1

Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), %	Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности σ_{Rn}, массовая доля, %	Предел внутрилабораторной прецизионности (для двух результатов измерений) $R_л$, массовая доля, %	Доверительные границы погрешности Δ (P = 0,95), массовая доля, %
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,22С	0,51С	0,43С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,18С	0,42С	0,35С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,15С	0,35С	0,29С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,13С	0,28С	0,25С
Св. 0,50 до 1,0 вкл.	0,10С	0,23С	0,20С
Св. 1,0 до 2,0 вкл.	0,084С	0,20С	0,16С
17 Скандий (Sc)			
От 0,0050 до 0,010 вкл.	0,25С	0,58С	0,49С
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	0,24С	0,56С	0,47С
Св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,21С	0,49С	0,41С
Св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,18С	0,42С	0,35С
18 Фосфор в пересчете на оксид (P_2O_5)			
От 1,0 до 2,0 вкл.	0,036С	0,084С	0,071С
Св. 2,0 до 5,0 вкл.	0,027С	0,063С	0,053С
Св. 5,0 до 10,0 вкл.	0,027С	0,063С	0,053С
Св. 10,0 до 20,0 вкл.	0,023С	0,054С	0,045С
Св. 20,0 до 30,0 вкл.	0,013С	0,030С	0,025С
Св. 30,0 до 40,0 вкл.	0,0092С	0,021С	0,018С
19 Кальций в пересчете на оксид (CaO)			
От 0,20 до 0,50 вкл.	0,13С	0,28С	0,25С
Св. 0,50 до 1,0 вкл.	0,10С	0,23С	0,20С
Св. 1,0 до 2,0 вкл.	0,076С	0,18С	0,15С
Св. 2,0 до 5,0 вкл.	0,057С	0,13С	0,11С
Св. 5,0 до 10,0 вкл.	0,042С	0,098С	0,082С
Св. 10,0 до 20,0 вкл.	0,027С	0,063С	0,053С
20 Марганец (Mn)			
от 0,010 до 0,020 вкл.	0,20С	0,47С	0,39С
св. 0,020 до 0,050 вкл.	0,18С	0,42С	0,35С
св. 0,050 до 0,10 вкл.	0,14С	0,33С	0,27С
св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,092С	0,21С	0,18С
св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,067С	0,16С	0,13С
св. 0,50 до 1,0 вкл.	0,045С	0,10С	0,088С
св. 1,0 до 2,0 вкл.	0,029С	0,068С	0,057С
св. 2,0 до 5,0 вкл.	0,024С	0,056С	0,047С

Окончание таблицы А.1

Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента (компонента), %	Среднее квадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности $\sigma_{Rл}$, массовая доля, %	Предел внутрилабораторной прецизионности (для двух результатов измерений) $R_л$, массовая доля, %	Доверительные границы погрешности Δ (P = 0,95), массовая доля, %
св. 5,0 до 10,0 вкл.	0,017С	0,040С	0,033С
св. 10,0 до 20,0 вкл.	0,012С	0,028С	0,024С
21 Железо (Fe)			
от 0,50 до 1,0 вкл.	0,092С	0,21С	0,18С
св. 1,0 до 2,0 вкл.	0,076С	0,18С	0,15С
св. 2,0 до 5,0 вкл.	0,047С	0,11С	0,092С
св. 5,0 до 10,0 вкл.	0,025С	0,058С	0,049С
св. 10,0 до 20,0 вкл.	0,013С	0,030С	0,025С
св. 20,0 до 30,0 вкл.	0,0084С	0,020С	0,016С
св. 30,0 до 40,0 вкл.	0,0067С	0,016С	0,013С

Приложение Б
(обязательное)

Приготовление раствора внутреннего стандарта индия, вспомогательного раствора для разбавления и градуировочных растворов для измерений АЭС-ИСП методом

Б.1 Приготовление раствора внутреннего стандарта индия с массовой концентрацией 2 мг/см^3

Навеску оксида индия (III) массой 2,4181 г растворяют при нагревании в 10 см^3 «царской водки», раствор упаривают досуха. Остаток смачивают 50 см^3 воды для лабораторного анализа, добавляют 60 см^3 концентрированной соляной кислоты, нагревают до растворения и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, после охлаждения доливают водой для лабораторного анализа до метки и перемешивают.

Раствор хранят в темном месте. Срок хранения один год.

Б.2 Приготовление вспомогательного раствора для разбавления

На аналитических весах в стаканчик вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,50 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 12 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, добавляют 1 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3, вводят 2 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают.

Раствор применяют для разбавления градуировочных растворов, хранят в холодильнике не более месяца.

Б.3 Приготовление градуировочных растворов

Б.3.1 Приготовление градуировочного раствора № 1.4 с массовой концентрацией Ce — 30 мг/дм^3, P — 30 мг/дм^3, Lu — 0,1 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 3 см^3 одноэлементного стандартного раствора Ce с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 3 см^3 одноэлементного стандартного раствора P с массовой концентрацией 1 г/дм^3 и 1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Lu с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.2 Приготовление градуировочного раствора № 1.3 с массовой концентрацией Ce — 15 мг/дм^3, P — 15 мг/дм^3, Lu — 0,05 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 1,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Ce с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 1,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора P с массовой концентрацией 1 г/дм^3 и 0,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Lu с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.3 Приготовление градуировочного раствора № 1.2 с массовой концентрацией Ce — 3 мг/дм^3, P — 3 мг/дм^3, Lu — 0,01 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 1.4, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.4 Приготовление градуировочного раствора № 1.1 с массовой концентрацией Ce — 1,5 мг/дм^3, P — 1,5 мг/дм^3, Lu — 0,005 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 1.3, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.5 Приготовление градуировочного раствора № 2.4 с массовой концентрацией Nb — 50 мг/дм^3, Dy — 0,5 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 5 см^3 одноэлементного стан-

дартного раствора Nb с массовой концентрацией 1 г/дм^3 и 5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Dy с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.6 Приготовление градуировочного раствора № 2.3 с массовой концентрацией Nb — 25 мг/дм^3, Dy — 0,25 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 2,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Nb с массовой концентрацией 1 г/дм^3 и 2,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Dy с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.7 Приготовление градуировочного раствора № 2.2 с массовой концентрацией Nb — 5 мг/дм^3, Dy — 0,05 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 2.4, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.8 Приготовление градуировочного раствора № 2.1 с массовой концентрацией Nb — 2,5 мг/дм^3, Dy — 0,025 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 2.3, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.9 Приготовление градуировочного раствора № 3.4 с массовой концентрацией Nd — 10 мг/дм^3, Ho — 0,1 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Nd с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Ho с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.10 Приготовление градуировочного раствора № 3.3 с массовой концентрацией Nd — 5 мг/дм^3, Ho — 0,05 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 0,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Nd с массовой концентрацией 1 г/дм^3 , 0,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Ho с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.11 Приготовление градуировочного раствора № 3.2 с массовой концентрацией Nd — 1 мг/дм^3, Ho — 0,01 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 3.4, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.12 Приготовление градуировочного раствора № 3.1 с массовой концентрацией Nd — 0,5 мг/дм^3, Ho — 0,005 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 3.3, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.13 Приготовление градуировочного раствора № 4.4 с массовой концентрацией Tb — 0,2 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 2 см^3 одноэлементного стан-

дартного раствора Tb с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.14 Приготовление градуировочного раствора № 4.3 с массовой концентрацией Tb — 0,1 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Tb с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.15 Приготовление градуировочного раствора № 4.2 с массовой концентрацией Tb — 0,02 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 4.4, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.16 Приготовление градуировочного раствора № 4.1 с массовой концентрацией Tb — 0,01 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 4.3, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.17 Приготовление градуировочного раствора № 5.4 с массовой концентрацией La — 15 мг/дм^3, Er — 0,5 мг/дм^3, Sc — 0,2 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 1,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора La с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Er с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 , 2 см^3 одноэлементного стандартного раствора Sc с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.18 Приготовление градуировочного раствора № 5.3 с массовой концентрацией La — 7,5 мг/дм^3, Er — 0,25 мг/дм^3, Sc — 0,1 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 0,75 см^3 одноэлементного стандартного раствора La с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 2,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Er с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 , 1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Sc с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.19 Приготовление градуировочного раствора № 5.2 с массовой концентрацией La — 1,5 мг/дм^3, Er — 0,05 мг/дм^3, Sc — 0,02 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 5.4, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.20 Приготовление градуировочного раствора № 5.1 с массовой концентрацией La — 0,75 мг/дм^3, Er — 0,025 мг/дм^3, Sc — 0,01 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 5.3, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.21 Приготовление градуировочного раствора № 6.4 с массовой концентрацией Fe — 100 мг/дм^3, Y — 3 мг/дм^3, Gd — 1 мг/дм^3, Eu — 0,5 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 10 см^3 одноэлементного стандартного

раствора Fe с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 0,3 см^3 одноэлементного стандартного раствора Y с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 0,1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Gd с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Eu с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.22 Приготовление градуировочного раствора № 6.3 с массовой концентрацией Fe — 50 мг/дм^3, Y — 1,5 мг/дм^3, Gd — 0,5 мг/дм^3, Eu — 0,25 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Fe с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 0,15 см^3 одноэлементного стандартного раствора Y с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 0,05 см^3 одноэлементного стандартного раствора Gd с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 2,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Eu с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.23 Приготовление градуировочного раствора № 6.2 с массовой концентрацией Fe — 10 мг/дм^3, Y — 0,3 мг/дм^3, Gd — 0,1 мг/дм^3, Eu — 0,05 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 6.4, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.24 Приготовление градуировочного раствора № 6.1 с массовой концентрацией Fe — 5 мг/дм^3, Y — 0,15 мг/дм^3, Gd — 0,05 мг/дм^3, Eu — 0,025 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 6.3, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.25 Приготовление градуировочного раствора № 7.5 с массовой концентрацией Ca — 40 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 4 см^3 одноэлементного стандартного раствора Ca с массовой концентрацией 1 г/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.26 Приготовление градуировочного раствора № 7.4 с массовой концентрацией Ca — 10 мг/дм^3, Pr — 5 мг/дм^3, Yb — 0,2 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Ca с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 0,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Pr с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 2 см^3 одноэлементного стандартного раствора Yb с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.27 Приготовление градуировочного раствора № 7.3 с массовой концентрацией Ca — 5 мг/дм^3, Pr — 2,5 мг/дм^3, Yb — 0,1 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 0,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Ca с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 0,25 см^3 одноэлементного стандартного раствора Pr с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Yb с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.28 Приготовление градуировочного раствора № 7.2 с массовой концентрацией Ca — 1,0 мг/дм^3, Pr — 0,5 мг/дм^3, Yb — 0,02 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 7.4, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.29 Приготовление градуировочного раствора № 7.1 с массовой концентрацией Ca — 0,5 мг/дм^3, Pr — 0,25 мг/дм^3, Yb — 0,01 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 7.3, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.30 Приготовление градуировочного раствора № 8.4 с массовой концентрацией Mn — 50 мг/дм^3, Sm — 2 мг/дм^3, Tm — 0,2 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Mn с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 0,2 см^3 одноэлементного стандартного раствора Sm с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 2 см^3 одноэлементного стандартного раствора Tm с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.31 Приготовление градуировочного раствора № 8.3 с массовой концентрацией Mn — 25 мг/дм^3, Sm — 1 мг/дм^3, Tm — 0,1 мг/дм^3

На аналитических весах в стакан вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску смеси соды с бурой массой 0,25 г, смачивают 10—15 см^3 воды для лабораторного анализа и приливают 6 см^3 концентрированной соляной кислоты, после растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 0,5 см^3 раствора индия с массовой концентрацией 2 г/дм^3. Дозатором в мерную колбу вводят 2,5 см^3 одноэлементного стандартного раствора Mn с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 0,1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Sm с массовой концентрацией 1 г/дм^3, 1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Tm с массовой концентрацией 10 мг/дм^3, добавляют 1 см^3 пероксида водорода, доводят водой для лабораторного анализа до метки и тщательно перемешивают. Переливают полученный раствор в пластиковые пробирки вместимостью 50 см^3 и хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Б.3.32 Приготовление градуировочного раствора № 8.2 с массовой концентрацией Mn — 5 мг/дм^3, Sm — 0,2 мг/дм^3, Tm — 0,02 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 8.4, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Б.3.33 Приготовление градуировочного раствора № 8.1 с массовой концентрацией Mn — 2,5 мг/дм^3, Sm — 0,1 мг/дм^3, Tm — 0,01 мг/дм^3

В пластиковую пробирку вместимостью 15 см^3 дозатором отбирают 1 см^3 градуировочного раствора № 8.3, затем дозатором вводят 9 см^3 вспомогательного раствора для разбавления, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

Приложение В
(обязательное)

Приготовление растворов внутреннего стандарта цезия и градуировочных растворов для измерений МС-ИСП методом

В.1 Приготовление промежуточного раствора внутреннего стандарта Cs с массовой концентрацией 10 мг/дм^3

Мерную колбу вместимостью 100 см^3 заполняют 20—30 см^3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 2 см^3 концентрированной азотной кислоты и 1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Cs с массовой концентрацией 1 г/дм^3. Раствор перемешивают, объем доводят до метки воды для лабораторного анализа.

Раствор хранят в пластиковой посуде, срок хранения до 1 года.

В.2 Приготовление рабочего раствора внутреннего стандарта Cs с массовой концентрацией 1 мг/дм^3

Мерную колбу вместимостью 100 см^3 заполняют 20—30 см^3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 2 см^3 концентрированной азотной кислоты и 10 см^3 промежуточного раствора Cs с массовой концентрацией 10 мг/дм^3. Раствор перемешивают, объем доводят до метки водой для лабораторного анализа.

Раствор хранят в пластиковой посуде, срок хранения до 1 года.

В.3 Приготовление градуировочных растворов

В.3.1 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией 100 мкг/дм^3 элементов раствора А

Мерную колбу вместимостью 100 см^3 заполняют 20—30 см^3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 2 см^3 концентрированной азотной кислоты и 1 см^3 исходного стандартного раствора с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 Ce, Dy, Er, Eu, Gd, Ho, Fe, La, Lu, Mn, Nd, P, Pr, Sm, Sc, Tb, Tm, Yb, Y. Раствор перемешивают, объем доводят до метки водой для лабораторного анализа. Раствор хранят в пластиковой посуде, срок хранения 6 месяцев.

В.3.2 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 Y, La, Ce, Pr и Nd

Мерную колбу вместимостью 100 см^3 заполняют 20—30 см^3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 2 см^3 концентрированной азотной кислоты и по 1 см^3 одноэлементных стандартных растворов с массовой концентрацией 1 г/дм^3 Y, La, Ce, Pr и Nd. Раствор перемешивают, объем доводят до метки водой для лабораторного анализа.

Раствор хранят в стеклянной посуде, срок хранения до 1 года.

В.3.3 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией 1 мг/дм^3 Y, La, Ce, Pr и Nd

Мерную колбу вместимостью 50 см^3 заполняют 20—30 см^3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 1 см^3 концентрированной азотной кислоты и 5 см^3 промежуточного раствора с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 Y, La, Ce, Pr и Nd. Раствор перемешивают, объем доводят до метки водой для лабораторного анализа.

Раствор хранят в стеклянной посуде, срок хранения до 1 года.

В.3.4 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 Nb

Пластиковую мерную колбу вместимостью 100 см^3 заполняют 20—30 см^3 воды для лабораторного анализа, дозатором вводят 3 см^3 концентрированной азотной кислоты, 0,5 см^3 фтористоводородной кислоты и 1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Nb с массовой концентрацией 1 г/дм^3. Раствор перемешивают, объем доводят до метки водой для лабораторного анализа.

Раствор хранят в пластиковой посуде, срок хранения 6 месяцев.

В.3.5 Приготовление градуировочных растворов А-10, А-20 с массовыми концентрациями 10 и 20 мкг/дм^3 элементов раствора А

Сухую пластиковую пробирку вместимостью 50 см^3 взвешивают, добавляют 5—10 см^3 воды для лабораторного анализа, вводят дозатором 1 см^3 концентрированной азотной кислоты и 5 см^3 или 10 см^3 (для приготовления 10 или 20 мкг/дм^3 соответственно) промежуточного раствора с массовой концентрацией 100 мкг/дм^3 элементов раствора А. Полученный раствор перемешивают, объем раствора доводят до 47—48 см^3 водой для лабораторного анализа. Пробирку устанавливают на чашечку весов и доводят массу раствора до 50 г, что соответствует объему 50 см^3 (плотность раствора азотной кислоты с массовой долей 2 % равна 1,005).

Раствор хранят в пластиковой пробирке, срок хранения до 10 дней.

В.3.6 Приготовление градуировочных растворов F-100 и F-200 с массовыми концентрациями 100 мкг/дм^3 и 200 мкг/дм^3 Y, La, Ce, Pr и Nd

Сухую пластиковую пробирку вместимостью 50 см^3 взвешивают, добавляют 5—10 см^3 воды для лабораторного анализа и вводят дозатором 1 см^3 концентрированной азотной кислоты и 5 см^3 или 10 см^3 (для приготовления 100 или 200 мкг/дм^3 соответственно) промежуточного раствора с массовой концентрацией 1 мг/дм^3 Y, La, Ce, Pr, Nd. Полученный раствор перемешивают, объем раствора доводят до 47—48 см^3 водой для лабораторного анализа. Пробирку устанавливают на чашечку весов и доводят массу раствора до 50 г, что соответствует объему 50 см^3 (плотность раствора азотной кислоты с массовой долей 2 % равна 1,005).

Раствор хранят в пластиковой пробирке, срок хранения до 30 дней.

В.3.7 Приготовление градуировочных растворов Nb-100 и Nb-500 с массовыми концентрациями 100 мкг/дм^3 и 500 мкг/дм^3 Nb

Сухую пластиковую пробирку вместимостью 50 см^3 взвешивают, добавляют 5—10 см^3 воды для лабораторного анализа и вводят дозатором 1 см^3 концентрированной азотной кислоты, 0,05 см^3 фтористоводородной кислоты и 0,5 см^3 или 2,5 см^3 (для приготовления 100 или 500 мкг/дм^3 соответственно) промежуточного раствора с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 Nb. Полученный раствор перемешивают, объем раствора доводят до 47—48 см^3 водой для лабораторного анализа. Пробирку устанавливают на чашечку весов и доводят массу раствора до 50 г, что соответствует объему 50 см^3 (плотность раствора азотной кислоты с массовой долей 2 % равна 1,005).

Раствор хранят в пластиковой пробирке, срок хранения до 7 дней.

Приложение Г
(справочное)

Приготовление вспомогательных растворов для учета полиатомных интерференций

Г.1 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией 20 мг/дм^3 Nd

Сухую пластиковую пробирку вместимостью 50 см^3 взвешивают, добавляют 5—10 см^3 воды для лабораторного анализа и дозатором 1 см^3 концентрированной азотной кислоты, 1 см^3 одноэлементного стандартного раствора Nd с массовой концентрацией 1 г/дм^3. Полученный раствор перемешивают, объем раствора доводят до 47—48 см^3 водой для лабораторного анализа. Пробирку устанавливают на чашечку весов и доводят массу раствора до 50 г, что соответствует объему 50 см^3 (плотность раствора азотной кислоты с массовой долей 2 % равна 1,005).

Раствор хранят в пластиковой пробирке, срок хранения до 6 мес.

Г.2 Приготовление вспомогательного раствора с массовой концентрацией 2000 мкг/дм^3 Nd

Сухую пластиковую пробирку вместимостью 50 см^3 взвешивают, добавляют 5—10 см^3 воды для лабораторного анализа и вводят дозатором 1 см^3 концентрированной азотной кислоты, 5 см^3 промежуточного раствора с массовой концентрацией 20 мг/дм^3 Nd. Полученный раствор перемешивают, объем раствора доводят до 47—48 см^3 водой для лабораторного анализа. Пробирку устанавливают на чашечку весов и доводят массу раствора до 50 г, что соответствует объему 50 см^3 (плотность раствора азотной кислоты с массовой долей 2 % равна 1,005).

Раствор хранят в пластиковой пробирке, срок хранения до 6 мес.

Приложение Д
(обязательное)

Аналитические линии определяемых и неопределяемых элементов РФА методом и условия измерения их интенсивностей

Таблица Д.1 — Аналитические линии определяемых и неопределяемых элементов РФА методом и условия измерения их интенсивностей

Элемент	Спектральная линия	Длина волны (нм)	Кристалл-анализатор[1)]	Коллиматор	Детектор	Фильтр первичного излучения[2), 3)]	Режим работы рентгеновской трубки	
							Напряжение, кВ	Ток, мА
Определяемые элементы								
Sc	$K\alpha_1$	0,30313	PX10	150 µm	сцинт.	—	30	100
Mn	$K\alpha_1$	0,21021	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Fe	$K\beta_1$	0,17569	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Y	$K\alpha_1$	0,08290	LIF220	150 µm	сцинт.	Алюминиевый (200 мкм)	40	75
Nb	$K\beta_1$	0,06657	LIF220	150 µm	сцинт.	Латунный (100 мкм)	40	75
La	$L\alpha_1$	0,26663	PX10	150 µm	сцинт.	—	40	75
Ce	$L\beta_2$	0,22092	PX10	150 µm	сцинт.	—	40	75
Pr	$L\beta_1$	0,22591	PX10	150 µm	сцинт.	—	40	75
Nd	$L\beta_1$	0,21671	PX10	150 µm	сцинт.	—	40	75
Sm	$L\beta_1$	0,19984	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Eu	$L\beta_2$	0,18121	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Gd	$L\beta_1$	0,18468	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Tb	$L\alpha_1$	0,19765	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Dy	$L\beta_1$	0,17106	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Ho	$L\beta_1$	0,16475	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Er	$L\beta_1$	0,15873	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Tm	$L\alpha_1$	0,17268	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Yb	$L\alpha_1$	0,16719	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Lu	$L\alpha_1$	0,16195	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Ta	$L\alpha_1$	0,15222	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75
Неопределяемые элементы, влияние которых необходимо учитывать								
P	$K\alpha_1$	0,61590	Ge 111-C	300 µm	проточ	—	30	100
Ca	$K\alpha_1$	0,33590	PX10	300 µm	проточ	—	30	100
Cr	$K\alpha_1$	0,22900	PX10	150 µm	сцинт.	—	40	75
Ni	$K\alpha_1$	0,16582	LIF220	150 µm	сцинт.	—	40	75

Окончание таблицы Д.1

Элемент	Спектральная линия	Длина волны (нм)	Кристалл-анализатор[1]	Коллиматор	Детектор	Фильтр первичного излучения[2], [3]	Режим работы рентгеновской трубки	
							Напряжение, кВ	Ток, мА
Cu	$K\alpha_1$	0,15409	LIF220	150 μm	сцинт.	—	40	75
Zn	$K\alpha_1$	0,14355	LIF220	150 μm	сцинт.	—	40	75
W	$L\alpha_1$	0,14767	LIF220	150 μm	сцинт.	—	40	75
Hf	$L\beta_1$	0,13744	LIF220	150 μm	сцинт.	—	40	75
Pb	$L\beta_1$	0,09830	LIF220	150 μm	сцинт.	Алюминиевый (200 мкм)	40	75
Rb	$K\alpha_1$	0,09257	LIF220	150 μm	сцинт.	Алюминиевый (200 мкм)	40	75
Mo	$K\beta_1$	0,06323	LIF220	150 μm	сцинт.	Латунный (100 мкм)	40	75
Параметр стандарта-фона								
Rh	$K\beta$-C	0,05725	LIF220	150 μm	сцинт.	—	40	75

[1] Необходимо использовать кристаллы-анализаторы с межплоскостным расстоянием (d), равным для кристалла LiF200 2d = 0,2848 нм, для кристалла PX10 2d = 0,4027 нм, для кристалла Ge 111-C 2d = 0,653 нм.

[2] Допустимо использовать фильтр из алюминия толщиной от 200 до 500 мкм.

[3] Вместо латунного допустимо использовать фильтр первичного излучения, изготовленный из меди.

Приложение Е
(обязательное)

Спектральные положения пиков аналитических линий определяемых и неопределяемых элементов (X^i), пика стандарта-фона *Rh* Kβ-C и фоновых точек (фон 1 $X^i_{ф1}$ и фон 2 $X^i_{ф2}$), коэффициенты F_1^i и F_2^i для расчета интенсивности фона на линии $I^i_ф$

Таблица Е.1 — Спектральные положения пиков аналитических линий определяемых и неопределяемых элементов (X^i), пика стандарта-фона *Rh* Kβ-C и фоновых точек (фон 1 $X^i_{ф1}$ и фон 2 $X^i_{ф2}$), коэффициенты F_1^i и F_2^i для расчета интенсивности фона на линии $I^i_ф$ по формуле (10)

Элемент (i)	Пик X^i (угол 20°)	Экспозиция, сек	$X_{ф1}{}^i$ (угол 20°)	Экспозиция, сек	F_1^i	$X^i_{ф2}$ (угол 20°)	Экспозиция, сек	F_2^i
Определяемые элементы								
Sc	97,72	60	98,92	60	1,00	—		
Mn	95,22	20	93,64	10	1,00	—		
Fe	76,23	10	$X_{ф2}$ Ho		0,55	$X_{ф1}$ Eu		0,45
Y	33,88	20	33,02	10	0,48	34,68	10	0,52
Nb	27,07	32	26,25	16	0,46	27,77	16	0,54
La	82,93	40	82,03	20	0,58	84,15	20	0,42
Ce	66,51	40	$X_{ф1}$ Nd		0,14	$X_{ф2}$ Nd		0,85
Pr	68,23	40	$X_{ф2}$ Nd		1,00	—		
Nd	65,13	40	62,00	20	0,40	67,24	20	0,60
Sm	89,21	40	$X_{ф1}$ Tb		1,00	—		
Eu	79,10	60	79,99	40	1,00	—		
Gd	80,91	40	$X_{ф1}$ Eu		0,51	81,89	20	0,49
Tb	87,93	60	90,11	40	1,00	—		
Dy	73,88	40	$X_{ф2}$ Ho		1,00	—		
Ho	70,74	60	70,26	30	0,83	73,10	30	0,17
Er	67,80	40	68,96	40	1,00	—		
Tm	74,71	60	$X_{ф2}$ Ho		1,00	—		
Yb	71,95	40	$X_{ф1}$ Ho		0,41	$X_{ф2}$ Ho		0,59
Lu	69,36	60	$X_{ф1}$ Er		1,00	—		
Ta	64,66	40	64,01	20	0,76	66,65	20	0,24
Неопределяемые элементы								
P	140,96	10	142,83	10	1,00	—		
Ca	113,14	6	111,23	4	1,00	—		
Cr	69,35	10	74,31	20	1,00	—		
Ni	71,26	10	$X_{ф1}$ Ho		0,65	$X_{ф2}$ Ho		0,35
Cu	65,56	6	$X_{ф1}$ Ta		0,41	$X_{ф2}$ Ta		0,59
Zn	60,58	6	61,75	4	1,00	—		
W	62,48	6	$X_{ф1}$ Zn		1,00	—		

Окончание таблицы Е.1

Элемент (i)	Пик X^i (угол 20°)	Экспозиция, сек	$X_{ф1}{}^i$ (угол 20°)	Экспозиция, сек	F_1^i	$X^i_{ф2}$ (угол 20°)	Экспозиция, сек	F_2^i
Hf	57,75	2	58,14	2	1,00	—		
Pb	40,41	10	$X_{ф2}$ U		0,62	$X_{ф2}$ Th		0,12
Rb	37,98	10	$X_{ф2}$ Sr		0,38	$X_{ф2}$ U		0,62
Mo	25,68	12	25,39	6	0,48	25,95	6	0,52
Параметр стандарта-фона								
Rh	23,28	10	—			—		

Приложение Ж
(обязательное)

Значения величин энергии аналитических линий определяемых и мешающих элементов и их краев поглощения в кэВ для учета селективных эффектов взаимного влияния элементов друг на друга

Таблица Ж.1 — Значения величин энергии аналитических линий определяемых и мешающих элементов и их краев поглощения в кэВ для учета селективных эффектов взаимного влияния элементов друг на друга

Эффект селективного поглощения				Эффект селективного возбуждения			
Определяемые элементы		Мешающие элементы		Определяемые элементы		Мешающие элементы	
Аналитическая линия	Энергия, кэВ	Край поглощения	Энергия, кэВ	Край поглощения	Энергия, кэВ	Характеристическая линия	Энергия, кэВ
Sc $K\alpha_1$	4,091	Ca *K*-край	4,038	Sc *K*-край	4,489	Ti $K\alpha_1$	4,511
						La $L\alpha_1$	4,651
Ti $K\alpha_1$	4,511	Sc *K*-край	4,489	Ti *K*-край	4,965	Pr $L\alpha_1$	5,034
						La $L\beta_1$	5,042
V $K\alpha_1$	4,952	Sc *K*-край	4,489	V *K*-край	5,464	Pr $L\beta_1$	5,489
						Sm $L\alpha_1$	5,636
						Mn $K\alpha_1$	5,899
Mn $K\alpha_1$	5,899	La L_{II}-край	5,889	Mn *K*-край	6,538	Gd $L\beta_1$	6,713
		Ce L_{III}-край	5,723			Fe $K\beta_1$	7,058
		V *K*-край	5,464				
Fe $K\beta_1$	7,058	Eu L_{III}-край	6,981	Fe *K*-край	7,111		
		Nd L_{II}-край	6,723				
		Mn *K*-край	6,538				
Sr $K\alpha_1$	14,165			Sr *K*-край	16,107	Nb $K\alpha_1$	16,615
						Y $K\beta_1$	16,738
Y $K\alpha_1$	14,958			Y *K*-край	17,038	Zr $K\beta_1$	17,668
Zr $K\beta_1$	17,668	Y *K*-край	17,038	Zr *K*-край	17,999	Nb $K\beta_1$	18,623
Nb $K\beta_1$	18,623	Zr *K*-край	17,999				
Ba $L\alpha_1$	4,466	Ca *K*-край	4,038	Ba L_{III}-край	5,247	Ce $L\beta_1$	5,262
La $L\alpha_1$	4,651			La L_{III}-край	5,454	Pr $L\beta_1$	5,489
						Sm $L\alpha_1$	5,636
						Mn $K\alpha_1$	5,899
Ce $L\beta_2$	5,613	La L_{III}-край	5,484	Ce L_{III}-край	5,723	Mn $K\alpha_1$	5,899
Pr $L\beta_1$	5,489	La L_{III}-край	5,454	Pr L_{II}-край	6,439	Mn $K\beta_1$	6,490
		V *K*-край	5,464			Dy $L\alpha_1$	6,495
Nd $L\beta_1$	5,722	Ba L_{II}-край	5,623	Nd L_{II}-край	6,723	Fe $K\beta_1$	7,058

Окончание таблицы Ж.1

Эффект селективного поглощения				Эффект селективного возбуждения			
Определяемые элементы		Мешающие элементы		Определяемые элементы		Мешающие элементы	
Аналитическая линия	Энергия, кэВ	Край поглощения	Энергия, кэВ	Край поглощения	Энергия, кэВ	Характеристическая линия	Энергия, кэВ
Sm $L\beta_1$	6,203	Ce L_{II}-край	6,161	Sm L_{II}-край	7,313	Yb $L\alpha_1$	7,416
		Pr L_{III}-край	5.963				
Eu $L\beta_2$	6,843	Nd L_{II}-край	6,723	Eu L_{III}-край	6,981	Tm $L\alpha_1$	7,180
		Sm L_{III}-край	6,717			Dy $L\beta_1$	7,248
Gd $L\beta_1$	6,713	Pr L_{II}-край	6,439	Gd L_{II}-край	7,931		
		Mn K-край	6,538				
Tb $L\alpha_1$	6,273	Ce L_{II}-край	6,161	Tb L_{III}-край	7,515		
		Nd L_{III}-край	6,209				
Dy $L\beta_1$	7,248	Fe K-край	7,111	Dy L_{II}-край	8,583	Zn $K\alpha_1$	8,639
		Gd L_{III}-край	7,243				
Ho $L\beta_1$	7,525	Sm L_{II}-край	7,313	Ho L_{II}-край	8,916	Hf $L\beta_1$	9,023
		Gd L_{III}-край	7,243				
		Fe K-край	7,111				
Er $L\beta_1$	7,811	Dy L_{III}-край	7,790	Er L_{III}-край	9,262	Zn $K\beta_1$	9,572
Tm $L\alpha_1$	7,180	Eu L_{III}-край	6,981	Tm L_{III}-край	8,650	Lu $L\beta_1$	8,709
		Fe K-край	7,111				
Yb $L\alpha_1$	7,416	Gd L_{III}-край	7,243	Yb L_{III}-край	8,944	Hf $L\beta_1$	9,023
		Sm L_{II}-край	7,313			Ga $K\alpha_1$	9,252
		Fe K-край	7,111				
Lu $L\alpha_1$	7,656	Eu L_{II}-край	7,620	Lu L_{III}-край	9,249	Zn $K\beta_1$	9,572
		Tb L_{III}-край	7,515			Ga $K\alpha_1$	9,252
		Fe K-край	7,111				
Ta $L\beta_1$	9,343	Er L_{II}-край	9,262	Ta L_{II}-край	11,132		
Th $L\alpha_1$	12,969			Th L_{III}-край	16,299	Nb $K\alpha_1$	16,615
						Y $K\beta_1$	16,738
U $L\alpha_1$	13,615			U L_{III}-край	17,165	U $L\beta_1$	17,220
						Zr $K\beta_1$	17,668

Библиография

[1] СанПиН 2.6.1.2800-10 Гигиенические требования по ограничению облучения населения за счет природных источников ионизирующего излучения

[2] СанПиН 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)

[3] СанПиН 2.6.1.1281-03 Санитарные правила по радиационной безопасности персонала и населения при транспортировании радиоактивных материалов (веществ)

[4] СанПиН 1.2.3685-21 Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания

[5] Р 2.2.2006—05 Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда

[6] МУК 4.1.2468—09 Измерение массовых концентраций пыли в воздухе рабочей зоны предприятий горнорудной и нерудной промышленности

[7] Приказ Министерства здравоохранения и социального развития Российской Федерации от 1 июня 2009 г. № 290н «Об утверждении Межотраслевых правил обеспечения работников специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты»

[8] Приказ Министерства здравоохранения и социального развития Российской Федерации от 11 августа 2011 г. № 906н «Об утверждении Типовых норм бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты работникам химических производств, занятым на работах с вредными и (или) опасными условиями труда, а также на работах, выполняемых в особых температурных условиях или связанных с загрязнением»

[9] Приказ Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 8 декабря 2020 г. № 505 «Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила безопасности при ведении горных работ и переработке твердых полезных ископаемых»

[10] Приказ Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 28 октября 2020 г. № 429 «Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Инструкция по электроснабжению угольных шахт»

[11] Приказ Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 сентября 2016 г. № 388 «Об утверждении Федеральных норм и правил в области использования атомной энергии «Правила безопасности при транспортировании радиоактивных материалов» (НП-053-16)

[12] Постановление Правительства Российской Федерации от 21 декабря 2020 г. № 2200 «Об утверждении Правил перевозок грузов автомобильным транспортом и о внесении изменений в пункт 2.1.1 Правил дорожного движения Российской Федерации»

[13] Приказ Министерства транспорта Российской Федерации от 14 января 2020 г. № 9 «Об утверждении Правил перевозок железнодорожным транспортом грузов в открытом подвижном составе»

[14] Приказ Министерства транспорта Российской Федерации от 21 апреля 2003 г. № ВР-1/п «Об утверждении Правил безопасности морской перевозки грузов»

[15] «Кодекс внутреннего водного транспорта Российской Федерации» от 7 марта 2001 г. № 24-ФЗ

[16] Приказ Министерства транспорта Российской Федерации от 28 июня 2007 г. № 82 «Об утверждении Федеральных авиационных правил «Общие правила воздушных перевозок пассажиров, багажа, грузов и требования к обслуживанию пассажиров, грузоотправителей, грузополучателей»

УДК 622.349.3:006.354 ОКС 73.060

Ключевые слова: руды редких металлов необогащенные, пирохлор-монацит-крандаллитовый тип, показатели качества, методы испытаний, безопасность, технические условия, транспортирование, хранение

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 01.07.2021. Подписано в печать 26.07.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 6,05. Уч.-изд. л. 5,45.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

ОКС 73.060

Поправка к ГОСТ Р 59581—2021 Руды редких металлов крандаллит-монацитового типа товарные необогащенные. Технические условия

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Нормативные ссылки	ГОСТ 12.1.007—70	ГОСТ 12.1.007—76

(ИУС № 11 2021 г.)

gost.e-ecolog.ru