МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО НЕДРОПОЛЬЗОВАНИЮ

ФЕДЕРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ЛАБОРАТОРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ И СЕРТИФИКАЦИИ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ



Научный совет по
аналитическим методам

Пробирные и атомно-абсорбционные методы
Методика НСАМ № 497-ХС

ЗОЛОТО

МЕТОДИКА (МЕТОД) ИЗМЕРЕНИЙ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, РУДАХ И ПРОДУКТАХ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ ПРОБИРНЫМ И ПРОБИРНО-АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДАМИ

(редакция 2017 г.)

Отраслевая методика III категории точности

Москва, 2017

gost.e-ecolog.ru

Информация об отмененной редакции:

НСАМ № 497-ХС (редакция 2010 г.)	Определение золота в горных породах, рудах благородных металлов и продуктах их переработки пробирным и пробирно-атомно-абсорбционным методами
РАЗРАБОТАНА:	Лабораторией Ангарской ГРЭ филиал ОАО «Красноярскгеология»
ИСПОЛНИТЕЛИ:	Е.В. Милых
РАССМОТРЕНА И РЕКОМЕНДОВАНА К УТВЕРЖДЕНИЮ:	Научным советом по аналитическим методам (НСАМ) (протокол № 91 от 27.12.2005 г.)

Информация о пересмотренной и актуализированной редакции:

НСАМ № 497-ХС (редакция 2017 г.)	**Определение золота в горных породах, рудах и продуктах их переработки пробирным и пробирно-атомно-абсорбционным методами**
ДОПОЛНЕНА И АКТУАЛИЗИРОВАНА:	ФГБУ «ВИМС»,ФГУП ЦНИГРИ, ЗАО «РАЦ МИА»
ВВЕДЕНА В ДЕЙСТВИЕ:	30.06.2017 г.
ВЗАМЕН:	НСАМ № 497-ХС (редакция 2010 г.)
УТВЕРЖДЕНА:	**Федеральным научно-методическим центром лабораторных исследований и сертификации минерального сырья «ВИМС» МПР России**

Первый заместитель генерального директора ФГБУ «ВИМС»
Руководитель ФНМЦ «ВИМС» А.А. Рогожин

Методика аттестована метрологической службой ФГБУ «ВИМС» в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 и ОСТ 41-08-205-04.

Право тиражирования и распространения принадлежит Федеральному государственному бюджетному учреждению «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского».

Тел. +7 (495) 950-31-85, +7 (495) 950-33-85.

Ученый секретарь НСАМ А.А. Белоусова

СОДЕРЖАНИЕ

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДИКИ 4
2 ХАРАКТЕРИСТИКА ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ 4
3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ИСПЫТАТЕЛЬНОЕ И ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ 5
4 МЕТОД АНАЛИЗА 7
5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ 10
6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА 11
7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА 12
8 ОТБОР, ПОДГОТОВКА И ХРАНЕНИЕ ПРОБ 12
9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ АНАЛИЗА 12
10 ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 17
11 ОБРАБОТКА (ВЫЧИСЛЕНИЕ) РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА 22
12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА 24
13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА 25
ЛИТЕРАТУРА 28

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДИКИ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа горных пород, руд и продуктов их первичной переработки для определения в них содержания золота в диапазоне от 0,20 до 100 г/т пробирным методом и в диапазоне от 0,10 до 1,0 г/т пробирно-атомно-абсорбционным методом.

Методика определения золота с гравиметрическим окончанием не распространяется на горные породы и руды, содержащие металлы платиновой группы.

2 ХАРАКТЕРИСТИКА ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Характеристики погрешности измерений содержания золота приведены в таблице 1.

Указанные в таблице 1 погрешности соответствуют требованиям к погрешности измерений, установленным ОСТ 41-08-212-04 и принятым в МПР России (Методические рекомендации ГКЗ).

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения допустимого среднего квадратического отклонения, пределов допускаемой погрешности при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений содержания золота, г/т	Допустимое относительное среднее квадратическое отклонение, $\sigma_{д.г.}$, %	Предел допускаемой погрешности измерений в относительных единицах, δ (P=0,95), %
	Au крупностью частиц до 0,1 мм	
От 0,10 до 0,50 вкл.	30	59
св. 0,50 до 2,0 вкл.	27	53
св. 2,0 до 5,0 вкл.	18	35
св. 5,0 до 10,0 вкл.	12	24
св. 10,0 до 20,0 вкл.	8,2	16
св. 20,0 до 50,0 вкл.	5,4	11
св. 50,0 до 100 вкл.	3,2	6,3

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ИСПЫТАТЕЛЬНОЕ И ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

При выполнении анализа применяют следующие средства измерений, испытательное и вспомогательное оборудование, материалы и реактивы:

3.1 Средства измерений

- Весы электронные лабораторные с дискретностью 0,1 мкг I (специального) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008.
- Весы аналитические лабораторные с дискретностью 0,1 мг I (специального) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008.
- Весы электронные лабораторные с дискретностью 0,1 г IV (обычного) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008.
- Атомно-абсорбционный спектрометр с пламенной атомизацией, укомплектованный спектральной лампой с полым катодом, излучающей спектр золота (например, AAnalyst, КВАНТ и др.).
- Колбы мерные 1-25 (50, 100, 200, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки мерные 1-2-1-0,5 (1, 2) по ГОСТ 29227-91.
- Пипетки мерные 1-2-5 (10) по ГОСТ 29169-91.
- Цилиндры мерные 1-5 (10, 25, 50, 100, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770-74.

3.2 Испытательное и вспомогательное оборудование, посуда

- Электропечь плавильная, обеспечивающая температуру нагрева 1100°С.
- Электрическая печь для купеляции, обеспечивающая температуру нагрева 1000°С.
- Муфельная электропечь, обеспечивающая температуру нагрева 800°С.
- Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919-83.
- Тигли шамотные вместимостью 450, 500, 750 $см^3$.
- Тигли фарфоровые низкие № 2, 3, 5, 6 по ГОСТ 9147-80.
- Капели магнезитовые или магнезито-цементные.

- Наковальня стальная для отбивания шлака.
- Наковальня стальная для ковки королька.
- Изложницы металлические конусные.
- Молоток для ковки веркблея.
- Молоток для ковки королька.
- Шаровая мельница двухкамерная (для приготовления шихты).
- Микроскоп МБС-9.
- Стаканы В-1-150 (250, 500, 2000) ТХС по ГОСТ 25336-82.

3.3 Стандартные образцы состава

- Стандартные образцы состава (МСО, ГСО, ОСО, СОП) или аттестованные смеси (АС) с аттестованным содержанием золота. МСО, ГСО, ОСО, СОП, АС должны быть близкими по составу и содержанию золота к анализируемым пробам.

- Государственные стандартные образцы (ГСО) состава раствора золота с аттестованным значением массовой концентрации 1,0 мг/см^3 и относительной погрешностью не более 1% при доверительной вероятности Р=0,95.

3.4 Реактивы, материалы

- Азотная кислота осч по ГОСТ 11125-84.
- Азотная кислота чда по ГОСТ 4461-77.
- Соляная кислота чда по ГОСТ 3118-77.
- Золото по ГОСТ 6835-2002 с массовой долей основного вещества не менее 99,99 %.
- Калий фтористый чда по ГОСТ 20848-75.
- Калий хлорнокислый (перхлорат) чда по ТУ 6-09-3801.
- Натрий тетраборнокислый (бура) технический марки «Б» по ГОСТ 4199-76.
- Натрий углекислый (сода) технический марки «Б» по ГОСТ 5100-85.
- Натрий фтористый чда по ГОСТ 4463-76.
- Серебро хлористое хч по ТУ 6-09-3862-87.
- Оксид свинца (глет) технический по ГОСТ 5539-73.

- Стекло измельченное ($xNa_2O \cdot yCaO \cdot zSiO_2$) или кварц по ГОСТ 9077.

- Мука.

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

- Фильтры обеззоленные «синяя лента» диаметром 7 см по ТУ 6-09-1678-95.

- Фильтры обеззоленные «белая лента» диаметром 9 см по ТУ 6-09-1678-95.

- Газ ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457-75 или газ пропан-бутан в баллонах по ГОСТ 52087-2003, снабженные редуктором и очистным фильтром.

3.5 Допускается использование других типов средств измерения, посуды, испытательного и вспомогательного оборудования, стандартных образцов, реактивов и материалов, изготовленных по другой технической документации, с характеристиками не хуже, чем приведенные в п. 3.1-3.4.

Примечание

1 Допускается в качестве восстановителя вместо муки использовать крахмал картофельный по ГОСТ 53876 или крахмал растворимый по ГОСТ 10163 в том же количестве.

2 Допускается при анализе вместо перхлората калия применять калий или натрий азотнокислый.

3 Вместо серебра хлористого по ТУ 6-09-3862 допускается использование серебра хлористого, полученного из реактива серебро азотнокислое по п. 9.2.9 методики. Так же, вместо серебра хлористого можно использовать серебро металлическое или серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, при этом масса серебра азотнокислого берется с коэффициентом 1,2 к массе хлорида серебра, указанного в методике.

4 МЕТОД АНАЛИЗА

Пробирный и пробирно-атомно-абсорбционный методы определения золота в горных породах, рудах и продуктах их первичной переработки заключаются в пробирном концентрировании благородных металлов в свинцовом сплаве, купелировании сплава или растворении сплава в кислотах и определении золота

при его содержании от 0,1 г/т до 1,0 г/т – атомно-абсорбционным методом, а при содержании от 0,2 г/т до 100 г/т – гравиметрическим методом.

Пробирное концентрирование состоит из тигельной плавки и неполного (при атомно-абсорбционном определении) и полного (при гравиметрическом и атомно-абсорбционном определении) купелирования. Тигельная плавка основана на физико-химических процессах, происходящих при плавлении анализируемого вещества пробы с шихтой, в состав которой входят коллекторообразователь (оксид свинца), флюсы (кислые и основные), восстановитель (крахмал или мука и т.д.). В процессе плавки оксид свинца восстанавливается до металла. Расплавленный свинец поглощает частицы золота, материал пробы ошлаковывается. В результате плавки получают свинцовый сплав (веркблей) и шлак. Подбирают шихту такого состава, чтобы получился легкоплавкий шлак с малой вязкостью, который не препятствовал бы свинцовому сплаву собраться на дне тигля. Режим тигельной плавки, а также состав шихты зависят от характера анализируемого материала. Поэтому все пробы, поступающие на анализ, разбивают на четыре класса:

1 класс – руды, не обладающие ни восстановительной, ни окислительной способностью к свинцу (кварцевые, силикатные, карбонатные, глинистые);

2 класс – руды, проявляющие восстановительную способность к свинцу, содержащие сульфиды, арсениды, антимониты, углерод;

3 класс – руды, обладающие высокой окислительной способностью к свинцу, содержащие высшие оксиды железа (Fe_2O_3) и марганца (MnO_2);

4 класс – руды, в состав которых входят значительные количества серы, сурьмы, мышьяка, меди, цинка, никеля, кобальта, висмута и других затрудняющих плавку элементов.

В пробу помимо шихты добавляют необходимое количество серебра, т.к. золото растворяется в серебре в отличие от свинца в любых соотношениях, в свою очередь серебро образует со свинцом непрерывный ряд растворов, таким образом повышается вероятность перехода золота в свинцовый сплав (веркблей).

Мешающими элементами в пробирном анализе являются цинк, никель, кобальт, сера (в виде сульфидов), мышьяк, сурьма, медь, олово, висмут, углерод и металлы платиновой группы.

Влияние мешающих элементов заключается в затруднении тигельной плавки, что вызывает потери золота. При купелировании свинцового сплава происходят также потери золота. В процессе купелирования мешающие элементы понижают поверхностное натяжение свинцового расплава, что приводит к частичному поглощению золота капелью.

Применение вспомогательных операций (обжиг, выщелачивание, специальные виды плавок) позволяют полностью исключить влияние мешающих элементов.

Для отделения золота от свинца свинцовый сплав купелируют на капелях при температуре 870-950 °С. При этом свинец взаимодействует с кислородом воздуха и переходит в оксид (глет). Расплавленный глет окисляет все металлы до оксидов, кроме благородных, растворяет их и впитывается вместе с ними в пористый материал капели. Часть глета испаряется. В результате полной купеляции получают золотосеребряный королек. Королек разваривают в азотной кислоте. Серебро растворяется и остается золотая корточка, которую взвешивают и рассчитывают содержание золота в анализируемой пробе (гравиметрический метод) [2]. Для более полного разделения золота и серебра при растворении золотосеребряного королька в азотной кислоте необходимо, чтобы отношение *Ag:Au* в нем было не менее 3:1. При меньшем содержании серебра, чем в указанной пропорции, не все серебро может быть количественно отделено от золота в корточке при гравиметрическом определении. Получается серебряная «засада», вследствие этого возникает необходимость проведения дополнительной операции квартования золотосеребряного королька.

Если проба содержит металлы платиновой группы, то результат гравиметрического определения золота может быть завышен, так как в процессе тигельной плавки платиноиды коллектируются свинцовым сплавом, далее, при полном купелировании, платина и палладий количественно переходят в

золотосеребряный королек и при дальнейшем разваривании в азотной кислоте только палладий переходит в раствор. Признаком присутствия в пробе металлов платиновой группы является желто-коричневое окрашивание раствора при разваривании королька и темные включения в корточке.

Для атомно-абсорбционного определения золота купелирование ведут не до конца, а до того момента, когда на капели останется королек свинца массой 0,5-2,0 г. При таком неполном купелировании неблагородные металлы удаляются почти полностью, а золото концентрируется в свинцовом корольке. Королек обрабатывают азотной кислотой для растворения свинца и серебра. Не растворившийся остаток растворяют в смеси азотной и соляной кислот и в полученном растворе определяют золото атомно-абсорбционным методом.

Атомную абсорбцию золота измеряют на атомно-абсорбционном спектрометре по наиболее чувствительной резонансной линии – Au 242,8 нм. В качестве атомизатора используют пламя пропан-бутан-воздух или ацетилен-воздух, а в качестве источника резонансного излучения – лампы с полым катодом. Так как в процессе купелирования золото отделяется от основных и сопутствующих элементов пробы, то влияние их на результат определения исключается. Пробирно-атомно-абсорбционное определение золота возможно при содержании в исходной пробе металлов платиновой группы.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении пробирного анализа на золото следует соблюдать требования охраны труда при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГН 2.2.5.1313-03.

Примечание

1) Места работы с шихтой должны находиться под вытяжкой.

2) При выполнении анализа необходимо соблюдать меры безопасности, предусмотренные в методических рекомендациях «Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях».

3) Свинец и его соединения ядовиты. Они относятся к ядовитым веществам 1 категории опасности (вещества чрезвычайно опасные). Предельно допустимое содержание свинца и его соединений в воздухе 0,05 мг/м^3 (в пересчете на свинец).

4) Для частичного вывода свинцовых соединений из организма рекомендуется употребление пектиносодержащих продуктов (мармелад, соки и др.)

5) Резиновые перчатки и защитная маска должны быть всегда надеты при работе с шихтой.

6) Личные вещи не должны храниться в производственных помещениях.

7) Все работники лаборатории должны проходить медосмотр не менее 1 раза в год.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению анализа и обработке его результатов допускаются лица, имеющие высшее, среднее профессиональное, дополнительное профессиональное образование и/или профессиональное обучение, опыт работы в аналитической лаборатории. Специалист должен пройти соответствующий инструктаж, освоить метод.

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

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

При подготовке к выполнению анализа и при его проведении необходимо соблюдать следующие условия:

температура окружающего воздуха	(20±5) °С;
относительная влажность воздуха	не более 80 %

8 ОТБОР, ПОДГОТОВКА И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб горных пород, золото- и серебросодержащих руд и продуктов их переработки осуществляется в соответствии с требованиями действующих нормативных и инструктивных документов или инструкций заказчика.

Подготовку и хранение проб выполняют в соответствии с ОСТ 41-08-249-85.

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ АНАЛИЗА

При подготовке к выполнению анализа проводят следующие работы:

9.1 Подготовка прибора к работе

Подготовку аналитических весов и атомно-абсорбционного спектрометра к работе и оптимизацию условий измерения проводят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации приборов. Приборы должны быть поверены.

9.2 Приготовление вспомогательных смесей, растворов и реактивов

9.2.1 Для вскрытия анализируемых проб используются шихты, ориентировочный состав которых приведен в таблице 2.

Более тщательный подбор состава шихты проводят по п. 10.3 по результатам пробной плавки.

Таблица 2 – Ориентировочный состав шихты (рассчитан на массу навески 50 г)

Характеристика анализируемого материала	Масса навески пробы, г	Масса реактива, г						
		глет	сода	бура	стекло	мука	фториды*	перхлорат калия
Руды 1 класса	25-50	50	80	20	-	2,2	-	-
Кварцевые, кварцевосульфидные руды с малым содержанием сульфидов, кварц-каолин-хлоритовые руды	25-50	80	35	24	-	1,8	-	-
Руды с большим содержанием Al_2O_3	25-50	50	-	100	-	2,9	-	-
Руды, содержащие сульфиды и органику в значительных количествах в случаях, когда предварительный обжиг нежелателен, (плавка с перхлоратом калия)	25-50	50	135	20	20	-	-	42**
Карбонатные руды	25-50	50	50	40	25	2,5	-	-
Глинистые руды	25-50	75	60	40	40	2,5	10	-
Глинистые сланцы с кварц-карбонатными прожилками	25-50	50	75	20	20	-	10	-
Сульфидизированные, углистые, метасоматиты, метавулканиты с содержанием серы и органики до 1 г	25-50	50	83	20	20	-	10	5

* под фторидами подразумевается любой из указанных в п. 3.4 фторидов (натрия или калия), возможно применение их смеси в произвольном соотношении.

** масса перхлората калия (нитрата калия или натрия) уточняется по результатам пробной плавки.

Серебро (металлическое или в виде хлорида, нитрата) вводится в шихту в таком количестве, чтобы в золотосеребряном корольке соблюдалось соотношение *Ag:Au* не менее 3:1.

9.2.2 Азотная кислота, разбавленная 1:1

К объему дистиллированной воды приливают равный объем концентрированной азотной кислоты квалификации «осч», перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.3 Азотная кислота, разбавленная 2:1

К объему дистиллированной воды приливают два объема концентрированной азотной кислоты квалификации «осч», перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.4 Азотная кислота, разбавленная 1:3

К трем объемам дистиллированной воды приливают один объем концентрированной азотной кислоты квалификации «чда», перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.5 Азотная кислота, разбавленная 1:4

К четырем объемам дистиллированной воды приливают один объем концентрированной азотной кислоты квалификации «осч», перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.6 Смесь соляной и азотной кислот 3:1 («царская водка»)

К трем объемам концентрированной соляной кислоты приливают один объем концентрированной азотной кислоты квалификации «чда», перемешивают. Готовят в день применения.

9.2.7 Соляная кислота, разбавленная 1:1

К объему дистиллированной воды приливают равный объем концентрированной соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.8 Соляная кислота, разбавленная 1:9

К девяти объемам дистиллированной воды приливают один объем концентрированной соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.9 Получение хлорида серебра из серебра азотнокислого

Навеску азотнокислого серебра массой 120 г помещают в стакан вместимостью 250-300 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, прибавляют при перемешивании концентрированной соляную кислоту до прекращения выделения белых хлопьев хлорида серебра и избыток кислоты до полной коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают через фильтр «белая лента», промывают дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105°С. Выход хлорида серебра 100 г. Хранят в темной склянке с притертой пробкой. Срок хранения один год.

9.2.10 Смесь соды и буры (3:1)

Смесь тщательно перемешивают, хранят в склянке с притертой пробкой. Срок хранения один год.

9.3 Приготовление градуировочных растворов золота

9.3.1 Приготовление раствора золота с массовой концентрацией 200 мкг/$см^3$ (раствора А)

Навеску золота массой 0,1000 г растворяют в стакане вместимостью 250 $см^3$ при нагревании в 20 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1). Раствор упаривают до сиропообразного состояния, приливают 3-4 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и снова упаривают до влажных солей. Добавляют 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доливают этой же кислотой до метки, перемешивают.

1 $см^3$ полученного раствора содержит 200 мкг золота.

Раствор хранят в темном месте в течение одного года.

9.3.2 Приготовление раствора золота с массовой концентрацией 10 мкг/см^3 (раствора Б)

В мерную колбу вместимостью 200 см^3 помещают 10 см^3 раствора А, доливают до метки раствором соляной кислоты (1:1), перемешивают.

1 см^3 полученного раствора содержит 10 мкг золота.

Раствор хранят в темном месте не более трех месяцев.

Примечание

Допускается приготовление растворов А и Б из ГСО состава раствора золота с аттестованным значением массовой концентрации 1 мг/см^3, при этом для разбавления применяют раствор соляной кислоты (1:1).

9.3.3 Приготовление растворов золота для градуировки

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 2,0; 5,0 и 10,0 см^3 раствора золота с массовой концентрацией 10 мкг/см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты (1:9), перемешивают.

Полученные растворы содержат 0,2; 0,5; 1,0 мкг золота в 1 см^3.

Растворы хранят в темном месте не более двух недель.

9.4 Построение градуировочной характеристики

Построение градуировочной характеристики проводят перед началом измерений серии подготовленных проб.

Измерение абсорбции образцов для градуировки, приготовленных по п. 9.3.3, проводят в порядке увеличения их концентрации. В качестве фонового раствора используют раствор соляной кислоты (1:9).

Для построения градуировочной характеристики абсорбцию каждого раствора измеряют три раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных.

Градуировочную характеристику строят с помощью программного обеспечения прибора в координатах оптической плотности и массовой концентрации золота в градуировочном растворе, выраженной в мкг/см^3.

9.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят одновременно с измерением анализируемых растворов. Средствами контроля являются приготовленные растворы для градуировки (не менее трех растворов, отвечающих по массовой концентрации золота приблизительно началу, середине и концу градуировочной характеристики).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого раствора градуировки следующего условия:

$$|C - C_0| \le 0{,}15 \times C_0 \ , \qquad (1)$$

где C – результат контрольного измерения массовой концентрации золота в растворе для градуировки, мкг/см^3;

C_0 – расчетное значение массовой концентрации золота в растворе для градуировки (по процедуре приготовления), мкг/см^3.

Периодичность контроля стабильности - через 15-30 измерений анализируемых растворов. 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 грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика не стабильна, что может быть вызвано изменением условий анализа (давления и расхода газа, засорением распылителя и т.д.), выясняют причины. После устранения несоответствий готовят новые градуировочные растворы, по которым строят новую градуировочную характеристику.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

При выполнении анализа объектов для определения содержания золота выполняют следующие операции.

10.1 Подготовка пробы, взятие навески

Проба, поступившая на пробирный анализ, измельченная до крупности 0,071мм, тщательно перемешивается методом конуса и кольца, затем разравнивается на диск толщиной 10-12 мм. Диск делят на квадраты со стороной 50-70 мм, затем в шахматном порядке шпателем до дна вычерпывают материал для одной навески, вторую отбирают из оставшихся квадратов. Масса навески анализируемой пробы 25-50 г.

10.2 Предварительный обжиг

Окислительному обжигу подвергаются навески проб, содержащие восстанавливающие вещества в количествах, способных восстановить 25 г свинца и более. Обжиг выполняется в фарфоровой тигле в муфельной печи. Начинают обжиг при температуре 450°С, медленно поднимают температуру муфеля до 700°С. С этого момента идет быстрое выделение сернистого газа и окисление мышьяка и сурьмы [3]. После прокаливания в течение 1 часа при температуре 700°С температуру муфеля поднимают до 800°С, чтобы по возможности разложить сульфаты. Обжигаемый материал периодически помешивают, чтобы избежать спекания. После 30 минут обжига при температуре 800°С операция обжига считается законченной. Для навесок проб с высоким содержанием мышьяка и сурьмы окислительный обжиг чередуется с восстановительным. В навеску добавляют измельченный древесный уголь в количествах, равных объему навески и перемешивают. Для того чтобы материал навески не спекался, добавляют порошок кварца в количествах, равных половине навески пробы. Обжиг ведут до полного выгорания угля. Огарок шихтуется и плавится как руда 1 класса.

Пробы кварцевые, не содержащие сульфиды и органические вещества, не подвергаются обжигу.

10.3 Шихта, расчет состава, реагенты

Вопросы расчета, подбора шихты в пробирном анализе рассмотрены в литературе по пробирному анализу [1, 2, 3] достаточно полно. В качестве

основного флюса используется сода ($NaCO_3$) – она образует относительно легкоплавкие соединения с кислотными оксидами, разлагает силикаты. Для ошлаковывания основных оксидов в качестве кислого флюса применяется бура. Одним из важнейших реагентов является глет, он выполняет разнообразные функции при тигельной плавке: реагируя с кремнеземом и другими оксидами, образует легкоплавкие соединения, окисляет сульфиды, продукт восстановления глета – металлический свинец – является коллектором для благородных металлов. Другие реагенты: окислитель – перхлорат калия $KClO_4$, восстановители – мука. Для снижения температуры плавления материала пробы и снижения вязкости шлаков добавляют фторид натрия (калия). Основные требования к шихте – она должна обеспечивать шлакование при минимально возможной температуре, образовывать легкоплавкий с малой вязкостью шлак, который не препятствовал бы свинцовому сплаву собраться на дне тигля. Применяемые шихты рассчитаны на выход свинцового сплава в пределах 30-40 г.

Навеску анализируемой пробы тщательно перемешивают с шихтой, соответствующей установленному или предполагаемому составу руды (породы), добавляют точно взвешенную навеску серебра (металлического или в виде хлорида, нитрата), восстановителя (мука), сверху помещают покрышку из смеси соды и буры в соотношении 3:1 в количестве 10-20 г.

10.4 Тигельная плавка

Зашихтованную навеску помещают в нагретый до температуры 700-900 °С шамотный тигель и плавят в электропечи в течение 50-80 мин при температуре 1000-1100 °С. В начале плавки температуру медленно поднимают до 1000 °С. При температуре 700-900 °С содержимое тигля начинает плавиться, по всему объему происходит восстановление глета до металлического свинца, одновременно плавится бура. Содержимое тигля плавится и приходит в движение, происходит разложение материала пробы – ошлакование ее компонентов, расплавленный свинец растворяет благородные металлы. Расплавленная масса кажется кипящей из-за бурно выделяющегося углекислого газа. Когда поверхность расплава

успокоится, температуру в электропечи поднимают до температуры 1100 °С. При этой температуре садка выдерживается примерно 5-10 минут. За этот период частицы расплавленного свинца, растворяя благородные металлы, опустятся на дно тигля благодаря своей большой плотности и малой вязкости расплава. Процесс тигельной плавки считается законченным. Расплав выливают в подогретые, смазанные мелом или тальком изложницы. После охлаждения затвердевшую массу извлекают из изложницы, отделяют свинец от шлака и отковывают, придавая свинцовому сплаву форму куба, затем взвешивают. Хорошая ковкость свинца и масса в пределах 30-40 г (при массе навески пробы 50 г) указывают на то, что шихта подобрана правильно. Тигельная плавка проведена нормально.

Примечание

Реактивы перед плавкой проверяются на содержание золота проведением тигельной плавки «холостой» пробы и затем вводятся соответствующие поправки на содержание золота.

10.5 Гравиметрический метод определения золота

10.5.1 Плавка на капелях (купелировние)

Окислительная плавка на капелях выполняется для отделения благородных металлов от свинца. Пустые капели помещаются в муфельную печь, нагретую до температуры 900 °С и прокаливают в течение 15 мин. Откованный в форме куба свинцовый сплав помещают на нагретую капель. Муфель закрывают. Свинец в течение 3-5 минут переходит в расплав. Температуру муфеля держат в пределах 900-950°С, дверцу приоткрывают, расплавленный свинец, взаимодействуя с кислородом воздуха, переходит в глет. Расплавленный глет энергично окисляет до оксидов все металлы, находящиеся в свинцовом сплаве, кроме благородных, растворяет эти оксиды и впитывается вместе с ними в пористый материал капели. Небольшая часть глета испаряется. На купеляцию затрачивается примерно 45 минут. По окончании процесса купеляции на капели остается золотосеребряный расплав – округлый формы королек. Капель из муфеля извлекают медленно, чтобы охлаждение королька шло постепенно. Золотосеребряный королек должен иметь

равномерно округлую форму и блестящую поверхность. Остывший королек очищают от материала капели, расковывают в тонкую пластинку.

10.5.2 Разваривание и взвешивание

Разваривание в азотной кислоте золотосеребряного королька производится для отделения золота от серебра. Раскованный королек помещают в фарфоровый тигель и заливают на 2/3 объема разбавленной азотной кислотой (1:4), подогретой до температуры 75°С. Тигель подогревают на электроплитке в течение 20-30 минут, не доводя до кипения. Большие корольки подвергают двукратной обработке в азотной кислоте, разбавленной (1:1 и 2:1). Окончание растворения серебра фиксируется по прекращению выделения оксидов азота. Раствор азотнокислого серебра сливают и используют его для регенерации хлорида серебра (по п. 9.2.9), нерастворимый остаток золота – «корточку» - трижды промывают горячей дистиллированной водой. Промытую корточку сушат в тигле на электроплите, затем прокаливают в муфельной печи при температуре 600 °С в течение 2-3 минут пока она из губчатой и черной не станет плотной и золотисто-желтой. Остывшую корточку просматривают, взвешивают. Взвешивание проводят согласно инструкции к аналитическим весам.

Примечание

Для разваривания применяется азотная кислота марки «осч», так как она не должна содержать следов хлора как в форме хлорид-иона, так и в виде хлористокислых соединений.

10.6 Атомно-абсорбционный метод определения золота

10.6.1 Плавка на капелях (купелирование)

Свинцовый сплав помещают в разогретую капель и устанавливают на 30-40 минут в печь для купеляции, нагретую до температуры 870-950°С. Купелирование ведут до получения свинцового королька диаметром 5-6 мм, после чего капель с расплавом вынимают из печи и накрывают опрокинутой холодной капелью. Королек взвешивают. Масса королька должна составлять 0,5-2,0 г.

Одновременно по ходу анализа с анализируемыми пробами проводят «холостой» опыт.

10.6.2 Растворение королька и подготовка раствора к измерению

Свинцовый королек помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$ приливают 15-20 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:3). Стакан покрывают часовым стеклом и осторожно нагревают на плитке до растворения королька. Остывший раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в стакан вместимостью 150 $см^3$. Стакан обмывают дистиллированной водой и хорошо промывают фильтр. Фильтр с не растворившимся остатком переносят обратно в стакан, в котором растворяли королек, приливают 10-12 $см^3$ свежеприготовленной «царской водки» и нагревают в течение 30-40 минут. Стенки стакана обмывают 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:9), фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью 25-50 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:9) и перемешивают. В этом растворе определяют золото атомно-абсорбционным методом.

Так же атомно-абсорбционное определение золота можно проводить из растворов золотосеребряных корольков, полученных при полном купелировании по п. 10.5.1.

10.6.3 Атомно-абсорбционное определение золота

Атомную абсорбцию золота в растворах, приготовленных по п. 10.6.2, измеряют при длине волны 242,8 нм. Для одного определения делают не менее трех измерений оптической плотности, результаты которых усредняют. Затем по градуировочной характеристике определяют массовую концентрацию золота в растворе (мкг/$см^3$).

11 ОБРАБОТКА (ВЫЧИСЛЕНИЕ) РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Вычисление результатов анализа при определении содержания золота проводят следующим образом.

11.1 Гравиметрический метод

Содержание золота X, в г/т, вычисляется по формуле:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{H}, \quad (2)$$

где X - содержание золота, г/т;

m_1 - масса золотой корточки, мкг;

m_2 - масса золотой корточки в «холостом» опыте, мкг;

H - масса навески анализируемой пробы, г.

11.2 Атомно-абсорбционный метод

Содержание золота X, в г/т, вычисляется по формуле:

$$X = \frac{CV - C_x V_x}{H}, \quad (3)$$

где C - средняя массовая концентрация золота в растворе анализируемой пробы, мкг/см^3;

V - объем раствора анализируемой пробы, см^3;

C_x - средняя массовая концентрация золота в растворе «холостого» опыта, мкг/см^3;

V_x - объем раствора «холостого» опыта, см^3;

H - масса навески анализируемой пробы, г.

Примечание

Обработку результатов промежуточных измерений регистрируют и оформляют в электронном виде или на бумажном носителе.

11.3 За результат анализа проб принимают результат единичного определения содержания золота в рабочей пробе при условии положительного внутреннего приемочного контроля партии в соответствии с п. 6 ОСТ 41-08-214-04.

11.4 Проверка приемлемости результатов анализа, полученных в условиях воспроизводимости (разные лаборатории)

Проверку приемлемости результатов анализа, полученных в условиях воспроизводимости (для двух лабораторий) в случае, когда каждая лаборатория получила только один результат, проводят путем сравнения абсолютного расхождения между двумя результатами анализа с пределом воспроизводимости:

$$|X_1 - X_2| \le R \times 0{,}01 \times \overline{X} \qquad (4)$$

Значения предела воспроизводимости R указаны в таблице 3.

Выбор значения R проводят по величине $\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}$.

Если предел воспроизводимости превышен, выясняют причины этого превышения (ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 5.3) и выполняют повторный анализ.

Таблица 3 – Значения пределов внутрилабораторной прецизионности и воспроизводимости

Диапазон измерений содержания золота, г/т	Предел внутрилабораторной прецизионности в относительных единицах (для двух результатов анализа) при P=0,90 $R_л$, %	Предел воспроизводимости в относительных единицах (для двух результатов анализа) при P=0,95, R, %
	Au крупностью частиц до 0,1 мм	
От 0,10 до 0,50 вкл.	70	83
св. 0,50 до 2,0 вкл.	63	75
св. 2,0 до 5,0 вкл.	42	50
св. 5,0 до 10,0 вкл.	28	33
св. 10,0 до 20,0 вкл.	19	23
св. 20,0 до 50,0 вкл.	13	15
св. 50,0 до 100 вкл.	7,5	8,9

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$X \pm \Delta$, при P=0,95,

где X – результат определения золота, г/т;

$\Delta = \delta \times 0,01 \times X$ – предел допускаемой погрешности измерений, г/т.

Значения δ приведены в таблице 1.

Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение характеристики погрешности.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$X \pm \Delta_л, \; P = 0,95 \text{ при условии } \Delta_л < \Delta,$$

где $\Delta_л$ – значение показателя точности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории, в соответствии с порядком, принятым в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

13.1 Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает несколько видов:

– оперативный контроль исполнителем процедуры анализа (на основе оценки показателя точности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры) в соответствии с п. 5 ОСТ 41-08-214-04;

– приемочный контроль партии рабочих проб в соответствии с п. 6 ОСТ 41-08-214-04;

– контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности) в соответствии п.п. 7, 8 ОСТ 41-08-214-04 и п.п.5, 6 ОСТ 41-08-265-04.

Для контроля систематических расхождений выполняется внешний лабораторный контроль в соответствии с п. 7 ОСТ 41-08-265-04.

13.2 Алгоритм проведения контроля погрешности (точности) с использованием образцов для контроля

Образцами для контроля точности являются стандартные образцы (СО) или аттестованные смеси (АС) 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 - X и его аттестованным значением - X_0, с нормативом контроля K.

Точность контрольного измерения - X признают удовлетворительной, если:

$$|K_K| \le K, \text{ где } K_K = X - X_0 \qquad (5)$$

Норматив контроля погрешности (точности) K вычисляют по формуле:

$$K = \delta \times 0,01 \times X_0, \text{ при } P=0,95 \qquad (6)$$

Значения δ приведены в таблице 1. Выбор значения δ проводят по значениям X_0.

Точность контрольного определения – X признают неудовлетворительной, если $K_K > K$.

При невыполнении условия $|K_K| \le K$ эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия, процесс анализа приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Если используются СО (АС) с погрешностью аттестованного значения более одной трети от характеристики погрешности результатов анализа, то при расчете норматива контроля K необходимо учитывать погрешность аттестации СО (АС).

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

13.3 Алгоритм проведения оперативного контроля с использованием рабочих (рядовых) проб (внутренний приемочный контроль партии проб)

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 - X_1 и повторного - X_2) содержания золота в одной и той же пробе с нормативом (пределом) контроля внутрилабораторной прецизионности.

Внутрилабораторную прецизионность признают удовлетворительной, если:

$$D_k = |X_1 - X_2| \le R_s \times 0{,}01 \times \overline{X} \qquad (7)$$

Значения предела внутрилабораторной прецизионности R_s указаны в таблице 3.

Выбор значения R_s проводят по величине $\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}$.

При превышении норматива контроля внутрилабораторной прецизионности эксперимент 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 (таблица 3).

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

Если причиной неудовлетворительного контроля является предположение о неоднородности анализируемых проб, связанное с наличием крупных частиц золота (при условии удовлетворительного оперативного контроля точности по стандартным образцам), то заказчику выдаются все результаты анализа по пробе с соответствующими разъяснениями или по согласованию с заказчиком

рассчитывают медиану полученных результатов анализа.

13.4 Контроль стабильности результатов анализа

Реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и точности) следует проводить в соответствии с п.п. 7, 8 ОСТ 41-08-214-04 и п.п. 5, 6 ОСТ 41-08-265-04.

ЛИТЕРАТУРА

1 Мостович В.Я. Пробирное искусство. М, ОНТИ НКТП, 1934 г.

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

3 Барышников И.Ф. Пробоотбирание и анализ благородных металлов. М, Металлургия, 1978 г.

4 Методические рекомендации по применению Классификации запасов месторождений и прогнозных ресурсов твердых полезных ископаемых. Утверждены распоряжением МПР России от 05.06.2007 г. № 37-р.

5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

6 ГОСТ 12.1.007-76. Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

7 ГОСТ Р 12.1.019-2009. Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

8 ГОСТ 12.1.004-91. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

9 ГОСТ 12.4.009-83. Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

10 ГН 2.2.5.1313-03. Гигиенические нормативы. Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны.

11 ОСТ 41-08-212-04. Управление качеством аналитических работ. Нормы погрешности при определении химического состава минерального сырья и классификация методик лабораторного анализа по точности результатов анализа.

12 ОСТ 41-08-249-85. Управление качеством аналитических работ. Подготовка проб и организация выполнения исследований химического состава минерального сырья. Общие требования.

13 ОСТ 41-08-214-04. Управление качеством аналитических работ. Внутренний лабораторный контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа.

14 ОСТ 41-08-265-04. Управление качеством аналитических работ. Статистический контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ им. Н.М. ФЕДОРОВСКОГО» (ФГБУ «ВИМС»)
119017, г. Москва, Старомонетный пер., д.31
аттестат аккредитации в области обеспечения единства измерений № 01.00115-2013

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 497-01.00115-2013-2017

Определение золота в горных породах, рудах и продуктах их переработки пробирным и пробирно-атомно-абсорбционным методами

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой доли золота в диапазоне от 0,10 до 100,0 г/т.

Разработчик

Лаборатория Ангарской ГРЭ филиал ОАО «Красноярскгеология»
663400, Красноярский край, Мотыгинский район, пос. Мотыгино, ул. Советская, 20

Обозначение

НСАМ № 497-ХС. Определение золота в горных породах, рудах и продуктах их переработки пробирным и пробирно-атомно-абсорбционным методами. 2017 г., на 29 листах

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 и ОСТ 41-08-205-04.

Аттестация осуществлена: по результатам экспертизы, теоретических и экспериментальных исследований, выполненных при разработке методики (метода) измерений

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Приложение: Метрологические характеристики методики (метода) измерений на 1 листе.

Дата выдачи свидетельства: «30» июня 2017 г.

УТВЕРЖДЕНО

Первый заместитель генерального директора ФГБУ «ВИМС» А.А. Рогожин

Главный метролог ФГБУ «ВИМС» М.И. Лебедева

Ученый секретарь НСАМ А.А. Белоусова

Приложение к свидетельству № 497-01.00115-2013-2017
об аттестации методики (метода) измерений

1 Пределы допускаемой погрешности измерений

Диапазон измерений содержания золота, г/т	Допустимое относительное среднее квадратическое отклонение, $\sigma_{д,г}$, %	Предел допускаемой погрешности измерений в относительных единицах, δ (P=0,95), %
	Au крупностью частиц до 0,1 мм	
От 0,10 до 0,50 вкл.	30	59
св. 0,50 до 2,0 вкл.	27	53
св. 2,0 до 5,0 вкл.	18	35
св. 5,0 до 10,0 вкл.	12	24
св. 10,0 до 20,0 вкл.	8,2	16
св. 20,0 до 50,0 вкл.	5,4	11
св. 50,0 до 100 вкл.	3,2	6,3

2 Значения пределов внутрилабораторной прецизионности и воспроизводимости

Диапазон измерений содержания золота, г/т	Предел внутрилабораторной прецизионности в относительных единицах (для двух результатов анализа) при P=0,90 $R_л$, %	Предел воспроизводимости в относительных единицах (для двух результатов анализа) при P=0,95, R, %
	Au крупностью частиц до 0,1 мм	
От 0,10 до 0,50 вкл.	70	83
св. 0,50 до 2,0 вкл.	63	75
св. 2,0 до 5,0 вкл.	42	50
св. 5,0 до 10,0 вкл.	28	33
св. 10,0 до 20,0 вкл.	19	23
св. 20,0 до 50,0 вкл.	13	15
св. 50,0 до 100 вкл.	7,5	8,9

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

– оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки показателя точности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

– приемочный контроль партии рабочих проб;

– контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа выполняют в соответствии с методикой (методом) измерений, ОСТ 41-08-214-04.

Приемочный контроль партии выполняют в соответствии с ОСТ 41-08-214-04.

Контроль стабильности результатов анализа выполняют в соответствии с ОСТ 41-08-214-04 и ОСТ 41-08-265-04.

Главный метролог ФГБУ «ВИМС» М.И. Лебедева

Ученый секретарь Лист 1 из 1

И.С.А.М. А.А. Белоусова

gost.e-ecolog.ru