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



Научный совет по аналитическим методам

Спектральные методы

Инструкция № 168-С

ЭЛЕМЕНТЫ-ПРИМЕСИ

Москва
1979

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа Министра геологии № 496 от 29 октября 1976 г.

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

Воспроизводимость и правильность результатов анализа руд и горных пород оценивается согласно Методическим указаниям НСАМ "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ".

Примечание: Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим способом.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Спектральные методы
Инструкция № 168-С

СПЕКТРАЛЬНОЕ ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТОВ-ПРИМЕСЕЙ В СИЛИКАТНЫХ ИЗВЕРЖЕННЫХ ГОРНЫХ ПОРОДАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ КВАНТОМЕТРА

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)
Москва, 1979

В соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. инструкция № I68-С рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория.

/ Протокол № 3I от I.II.78 г./

Председатель НСАМ Г.А.Остроумов

Председатель секции спектральных методов О.Д.Ставров

Ученый секретарь Р.С.Фридман

Инструкция № 168-С рассмотрена в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. Научным советом по аналитическим методам /протокол № 31 от 1.II.78/ и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 октября 1979 г.

СПЕКТРАЛЬНОЕ ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТОВ-ПРИМЕСЕЙ В СИЛИКАТНЫХ ИЗВЕРЖЕННЫХ ГОРНЫХ ПОРОДАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ КВАНТОМЕТРА[x/]

Сущность метода

Методика определения элементов-примесей в силикатных горных породах, разработанная Л.И.Сердобовой и Н.А.Большаковой [5,6], заключается в испарении анализируемой пробы в электрической дуге переменного тока, в которую пробу вводят способом воздушного дутья, и в измерении интенсивности спектральных линий фотоэлектрическим методом с использованием квантометра.

Чтобы свести к минимуму влияние состава пробы на результаты анализа и повысить точность определений, исходную навеску предварительно разбавляют в отношении 1:2 буферной смесью, состоящей из карбоната натрия / 10%/, двуокиси кремния / 30%/ и графитового порошка / 60%/.

Карбонат натрия стабилизирует температуру электрической дуги: при этом уменьшается влияние состава анализируемых проб на результаты анализа. Графитовый порошок препятствует слипанию частиц и повышает температуру дуги, что способствует более полному испарению пробы. Двуокись кремния вводят в состав буферной смеси, чтобы в достаточной степени нивелировать анализируемые пробы по содержанию кремния. Буферная смесь такого состава способствует высокой интенсивности аналитических линий.

---

x/ Внесена в НСАМ спектральной лабораторией ИМГРЭ.

Источником возбуждения спектра служит дуга переменного тока силой 28 А, питаемая от генератора УГЭ-4.

Смеси анализируемых проб или эталонных образцов с буфером вводят в дуговой разряд с помощью аппарата УСА-5, модернизированного применительно к количественному анализу.

Для получения спектра и фотометрирования линий используют квантометр ДФС-36 /дифракционная решетка 1800 штр/мм, обратная линейная дисперсия 0,27 нм/мм/[x]/.

Анализ выполняют по методу трех эталонов по относительной интенсивности спектральных линий. Элементом сравнения служит медь. Если требуется определить содержание меди, и, следовательно, она не может быть элементом сравнения, то все элементы определяют по абсолютной интенсивности спектральных линий. Воспроизводимость анализа при этом ухудшается незначительно.

Аналитические графики, построенные по стандартным образцам горных пород и по искусственным эталонным образцам, имитирующим по составу гранит, для всех элементов, кроме титана, бериллия и бария, совпадают. Поэтому содержание всех элементов определяют по графикам, построенным по эталонным образцам, но для титана, бериллия и бария эти графики корректируют по стандартным образцам. По стандартным образцам строят также график для определения общего содержания железа.

Методика предназначена для определения Co, Ni, Cr, V, Ti, Mn, Fe, Ga, Sr, Ba, Cu, Be, Sn и Sc в силикатных изверженных горных породах. Интервалы определяемых содержаний приведены в табл. I.

Аналитические линии скандия, олова и бериллия перекрываются линиями спектров железа и титана: поэтому скандий, олово и бериллий определяют только в пробах, содержащих не более 3% Fe_2O_3, например, в кислых горных породах.

Случайная погрешность определения для всех элементов кроме железа, скандия и повышенных содержаний хрома и титана укладывается в допустимые расхождения инструкции по внутри-

x/ можно использовать квантометр ДФС-10М /дифракционная решетка 1200 штр/мм, обратная линейная дисперсия 0,42 нм/мм/, но при этом определяется только группа сидерофильных элементов: Co, Ni, Ti, Mn, Fe, Cr.

Таблица I

Интервалы определяемых содержаний[x/]

Элемент	Интервалы определяемых содержаний, %	
	в расчете на элемент	в расчете на окислы
Кобальт	0,001 - 0,03	-
Никель	0,001 - 0,1	-
Хром	0,001 - 0,3	0,0015 - 0,5 /Cr_2O_3/
Ванадий	0,001 - 0,1	0,002 - 0,2 /V_2O_5/
Титан	0,02 - 1,0	0,05 - 2,0 /TiO_2/
Марганец	0,01 - 0,3	0,01 - 0,4 /MnO/
Железо /общее/	-	1,0 - 15,0 /Fe_2O_3/
Галлий	0,0005 - 0,01	-
Стронций	0,005 - 0,1	0,006 - 0,1 /SrO/
Барий	0,005 - 0,1	0,005 - 0,1 /BaO/
Медь	0,001 - 0,05	-
Бериллий	0,0002 - 0,01	0,0006 - 0,03 /BeO/
Олово	0,0004 - 0,002	-
Скандий	0,0005 - 0,03	0,007 - 0,05 /Sc_2O_3/

лабораторному контролю[3]. Случайная погрешность определения железа, а также хрома при содержании более 0,2% и титана при содержании более 0,5% укладывается в удвоенные допустимые расхождения.

В табл.2 даны допустимые расхождения[3] между основными и повторными определениями / $Д_{доп}$/, расхождения, полученные авторами инструкции / $Д_{эксп}$/ и запас точности Z/$Д_{доп}$/$Д_{эксп}$/ для всех определяемых элементов. Для скандия допустимых расхождений не имеется, и в таблице дано только $Д_{эксп}$.

Реактивы и материалы

1. Карбонат калия, ч.д.а.
2. Карбонат натрия безводный, ч.д.а.
3. Двуокись кремния, ос.ч.-12-4.

x/ Воспроизводимость и правильность определений в указанных интервалах содержаний подтверждена контрольными анализами.

4. Окись алюминия, ч.д.а.

5. Окись кальция, ч.д.а.

6. Окись магния, ч.д.а.

7. Окислы никеля, хрома, ванадия, титана, меди, галлия, бериллия, олова и скандия, карбонаты стронция и бария, кобальт металлический / порошок/ и сульфид марганца для приготовления эталонных образцов. Все реактивы должны иметь квалификацию не ниже ч.д.а. и содержать не менее 99% основного вещества.

8. Спирт этиловый, ректификат.

9. Угли спектральные марки "С-I" диаметром 6 мм.

I0. Графит высокой чистоты /порошок/, ос.ч.-7-4.

II. Буферная смесь. Для приготовления 200 г буферной смеси тщательно смешивают в ступке I,0 г окиси меди[x/] и 20,0 г карбоната натрия, добавляют 60,0 г двуокиси кремния, тщательно перемешивают, добавляют II9 г угольного порошка и снова тщательно перемешивают. Все реактивы должны быть истерты до -200 меш. Полученная смесь содержит 0,5% окиси меди, I0% карбоната натрия, 30% двуокиси кремния и 60% угольного порошка.

I2. Основа для приготовления эталонных образцов. Для приготовления приблизительно I00 г основы смешивают в ступке 2,0 г окиси кальция, I,0 г окиси магния и по 5,0 г карбонатов натрия и калия. Затем добавляют I5,0 г окиси алюминия и 72,0 г двуокиси кремния и снова перемешивают. Смесь прокаливают в муфельной печи при I200°С в течение двух часов и после остывания истирают до -200 меш. Полученная смесь содержит приблизительно 74,5% SiO_2, I5,5% Al_2O_3, 2,I% CaO, I,0% MgO, 3,I% Na_2O и 3,5% K_2O.

I3. Эталонные образцы.

Образец А. Тщательно истирают с добавлением спирта 0,705 г Ni_2O_3, 0,500 г Co, 0,730 г Cr_2O_3, 0,890 г V_2O_5, 0,790 г MnS, 0,835 г TiO_2 и 0,550 г основы. Получают 5,0 г смеси, содержащей по I0% каждого эталонируемого элемента.

Образец Б. Тщательно истирают с добавлением спирта 0,840 г карбоната стронция, 0,7I5 г карбоната бария и 3,445 г основы.

---

x/ Если определяют содержание меди, то в состав буферной смеси окись меди не вводят.

Таблица

Допустимые расхождения между повторными определениями / $Д_{доп}$ /, расхождения по данным автор инструкции / $Д_{эксп}$/ и запас точности Z / $Z = Д_{доп}/Д_{эксп}$/.

Содержание,%	Co			Ni			Cr_2O_3			V_2O_5			TiO_2			Mn			Fe_2O_3			Ga			SrO			BaO			Cu			BeO			Sn			Sc_2O_3	
	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$	Z	$Д_{доп}$	$Д_{эксп}$
I0-19,99																			6,0	I5	0,4																				
5- 9,99																			I2	2I	0,6																				
2- 4,99																			20	33	0,6																				
I-I,99													20	33	0,6				28	48	0,6																				
0,5-0,99													26	37	0,7																										
0,2-0,499							20	4I	0,5				32	44	0,7	22	3I	0,7																							
0,I-0,I99							24	4I	0,6	45	35	I,3	40	49	0,8	30	3I	I,0										60	40	I,5											
0,05-0,099				47	22	2,I	28	4I	0,7	50	35	I,4	50	55	0,9	48	3I	I,5							64	23	2,8	76	40	I,9										
0,02-0,049	4I	32	I,3	55	27	2,0	32	43	0,7	60	35	I,7	60	65	0,9	58	3I	I,9							80	23	3,5	80	40	2,0	70	32	2,2	44	34	I,3					
0,0I-0,0I9	56	32	I,8	65	32	2,0	40	44	0,9	70	35	2,0				68	3I	2,2							83	23	3,6	83	40	2,I	83	32	2,6	56	34	I,6					
0,005-0,0099	83	32	2,6	70	37	I,9	50	46	I,I	83	35	2,4										42	33	I,3	83	23	3,6	83	40	2,I	83	32	2,6	75	37	2,2					
0,002-0,0049	83	32	2,6	83	46	I,8	60	48	I,2	83	35	2,4										50	33	I,5							83	32	2,6	83	34	2,4					
0,00I-0,00I9	83	32	2,6	83	57	I,5	77	57	I,4													60	33	I,8							83	32	2,6	83	34	2,4	83	46	I,8		35
0,0006-0,00099																						77	33	2,I										83	34	2,4	83	46	I,8		35

Получают 5,0 г смеси, содержащей по 10% стронция и бария.

Образец В. Тщательно истирают с добавлением спирта 0,134 г Ga_2O_3, 0,278 г BeO, 0,153 г Sc_2O_3, 0,125 г CuO, 0,127 г SnO_2 и 9,183 г основы. Получают 10,0 г смеси, содержащей по 1,0% каждого эталонируемого элемента.

Эталонный образец № 1. Смешивают с добавлением спирта и тщательно истирают 1,00 г образца А, 1,00 г образца Б и 8,00 г основы. Получают 10,0 эталонного образца, содержащего по 1% кобальта, никеля, хрома, ванадия, титана, марганца, стронция и бария.

Эталонный образец № 2. Смешивают таким же образом 3,00 г эталонного образца № 1 и 7,00 г основы. Получают 10,0 г эталонного образца, содержащего по 0,30% кобальта, никеля, хрома, ванадия, титана, марганца, стронция и бария.

Эталонный образец № 3. Смешивают таким же образом 1,00 г эталонного образца № 1, 1,00 г образца В и 8,00 г основы. Получают 10,0 г эталонного образца, содержащего по 0,1% каждого из эталонируемых элементов.

Эталонный образец № 4. Смешивают таким же образом 3,00 г эталонного образца № 3 и 7,00 г основы. Получают 10,0 г эталонного образца, содержащего по 0,03% каждого из эталонируемых элементов.

Продолжая таким же образом, то есть, смешивая 3,00 г каждого предыдущего образца с 7,0 г основы, получают все остальные эталонные образцы, последний из которых содержит по 0,0003% каждого эталонируемого элемента.

14. Стандартные образцы состава /СОС/ или другие образцы с надежно установленным составом. Образцы используют для корректирования градуировочных графиков, построенных по искусственным эталонным образцам. По ним также строят градуировочные графики для определения железа. Стандартные образцы горных пород подбирают с таким расчетом, чтобы все определяемые элементы содержались в них в различных количествах, отвечающих всему интервалу определяемых содержаний, в первую очередь предельно малым содержаниям. Достаточно иметь 8–10 таких стандартных образцов, например, гранит GM, базальт BM, глинистый сланец ТВ /СОС стран СЭВ, альбитизир-

ванный гранит СГ-1А, габбро эссекситовое СГД-1А, пегматит № 706/75, гранитоид № 707/75 /СОС СССР/, пироксенит ПИМ-1 /образец ИГЕМ/ и др.

Аппаратура и оборудование

1. Фотоэлектрическая установка ДФС-36 /квантометр/. Монтаж и наладку квантометра, а также выведение аналитических линий, указанных в табл.3, обычно выполняет бригада с завода-изготовителя.

Растровый конденсатор заменяют стандартной трехлинзовой системой /от спектрографа ИСП-30, ДФС-8 или ДФС-13/. Расстояния от входной щели квантометра приблизительно составляют:

до конденсора с F=150 мм- 300 мм;
до конденсора с F=75 мм - 550 мм;
до источника спектра - 610 мм;

при этом на дифракционной решетке квантометра должно быть получено резкое изображение источника спектра /электродов дуги/.

Прилагаемый к квантометру ДФС-36 цифровой вольтметр Щ 1511/0 заменяют более современным цифровым вольтметром постоянного тока, например типа Щ 1513.

2. Безэлектродные высокочастотные лампы ВСБ-2, излучающие спектры определяемых элементов. Лампы используются для выведения выходных щелей на аналитические линии и для контроля их положения. Достаточно иметь 3-4 лампы.

3. Прибор питания безэлектродных ламп ПИБЛ-3М /или ПИБЛ-3/. Прибор состоит из двух основных частей: выпрямителя и генератора, в который помещают лампу ВСБ-2.

4. Полуавтоматическая спектральная установка УСА-5, которую подключают к блоку управления квантометра. Для количественных определений установку модернизируют следующим образом: а/ снимают механизм подачи проб и вместо него устанавливают ленточный транспортер[4]; при работе транспортер включается автоматически; б/ в подающей трубке устанавливают разрядник для распыления комков пробы с помощью искрового разряда /питается от активизатора дуги ИС-39/; в/ на нижнюю часть подающей трубки устанавливают кварцевый нако-

Таблица 3

Определяемые элементы и условия анализа

Определяемые элементы	Аналитическая линия, нм	Ширина выходн. щели x/ нм	Интервал практич. опред. по графику содерж. %	Мешающие элементы: Длина волны, нм	Содерж. в пробе %	Нижний предел определяемых содержан., %
1	2	3	4	5	6	7
Железо	Fe I 492,05	0,15	0,3–25,0	отсутствуют		
Стронций	Sr I 481,19	0,15	0,002–0,1	Fe /фон/	25,0	
				Ni I 481,19	1,0	
				Ti I 481,10	3,0	
				Cr I 481,06	1,0	
Марганец	Mn I 478,34	0,15	0,01–0,3	Ti I 478,33	3,0	
				Fe I 478,63	6,0	0,08
				Cr I 478,30	1,0	
Барий	Ba I, 455,40	0,10	0,002–0,1	Cr I 455,39	1,0	
				Ti I 455,54	3,0	
Ванадий	V I 437,92	0,10	0,0003–0,1	отсутствуют		
Хром	Cr I 434,45	0,10	0,01–1,0	Ti I 434,42	10,0	
	Cr I 425,43	0,10	0,001–0,01	отсутствуют		
Титан	Ti I 372,98	0,10	0,01–3,0	-"-		
Кобальт	Co I 345,35	0,15	0,0004–0,1	Fe I 345,30	12,0	0,001
				Cr I 345,33	0,10	
				Ni I 345,28	0,10	
Никель	Ni I 341,47	0,10	0,0007–0,1	Co I 341,47	0,10	
				Fe I 341,55	12,0	0,001
Скандий	Sc I 327,36	0,05	0,0005–0,1	Ti I 327,2	1,0	0,003
Олово	Sn I 317,50	0,05	0,0003–0,1	Fe I 317,54		
				Fe I 317,49	3,0	0,003
Галлий	Ga I 294,36	0,05	0,0005–0,1	V I 234,3	1,0	0,001
				V I 294,6		
				Fe I 294,35	6,0	0,001
Бериллий	Be I 234,86	0,10	0,0003–0,01	Fe I 234,83	20,0	0,001
Медь	Cu I 327,39	0,10	0,001–0,03	Ti I 327,40	5,0	0,008
				Fe I 327,45	10,0	0,003
Медь	Cu I 282,44	0,10	Линия сравнения	отсутствуют		

x/ Ширина входной щели составляет 0,050 мм.

нечник. Дуговой разряд питается от генератора УГЭ–4, который подключают к установке УСА–5. Так как часть электрической схемы генератора расположена в штативе УШТ–4, установку УСА–5 соединяют с генератором УГЭ–4 через штатив УШТ–4.

5. Активизатор дуги переменного тока ИС–39 или другого типа.

6. Эксцентриковая паровая вибромельница для дополнительного истирания порошковых проб[2], в которой навеска 0,3–0,5 г истирается до крупности частиц 10–20 мкм.

7. Механическая мешалка – стеклянная лопатка высотой 10 мм, шириной 8 мм и толщиной 2 мм, вращающаяся /скорость 500–700 об/мин/ с помощью небольшого электродвигателя с редуктором. Лопатка крепится в патроне.

8. Весы аналитические.

9. Весы торзионные ВТ–200 или ВТ–500

10. Шкаф сушильный с терморегулятором.

11. Тигли фарфоровые низкие № 1.

Ход анализа

1. Подготовка квантометра ДФС–36 к работе

Квантометр ДФС–36 подготавливают к работе в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией. Включив квантометр, прогревают его в течение 2,5 часов и корректируют выведение щелей на аналитические линии. Проверяют режим работы квантометра: уровень фотометрических сигналов, фотометрическую воспроизводимость /по десяти измерениям/ и логарифмичность.

2. Корректирование положения выходных щелей.

Чтобы уточнить положение находящихся на четырех каретках выходных щелей квантометра относительно аналитических спектральных линий, достаточно на каждой каретке совместить максимум какой-либо одной спектральной линии с осью соответствующей ей выходной щели. Для этого лучше всего использовать лампы ВСБ–2. Поступают следующим образом: аппарат УСА–5 перемещают в дальний конец рельса и на его место устанавливают лампу ВСБ–2, помещенную в генератор прибора питания ШПИ–3М; поочередно меняя специально подобранные лампы ВСБ–2, корректируют положение каретки по одной какой-либо щели на каждой каретке. Например, устанавливая три лам-

ты ВСБ-2, излучающие спектры железа, никеля и галлия, корректируют положение кареток по линиям Fe 492,0 нм /I каретка/, Ni 341,4нм /II каретка/ Ga 294,3нм /III каретка/ и Fe 234,8 нм[x] / IУ каретка/.

3. Включение установки УСА-5 и подготовка ее к работе

Установку включают в соответствии с прилагаемой к ней инструкцией. Устанавливают следующий режим работы: сила тока дуги - 28 А; дуговой промежуток - 5 мм; обжиг - 5 сек; экспозиция - 20 сек.

Для прогревания установки испаряют 7-10 навесок буферной смеси и получают на квантометре отсчеты, отвечающие фону спектра. Если последние три-четыре отсчета стабилизируются на одном и том же уровне, то считают, что установка готова к работе.

4. Подготовка проб

Приблизительно 0,3-0,5 г анализируемого материала, истертого до крупности - 200 меш, помещают в стальные стаканы шаровой вибромельницы и истирают в течение 5 мин. Такие же количества эталонных и стандартных образцов состава истирают также в течение 5 мин.

Навеску 0,030 г подготовленного материала /анализируемой пробы, эталонного или стандартного образца/ и 0,060 г буферной смеси помещают в фарфоровый тигель и перемешивают с помощью смесителя в течение одной минуты. Непосредственно перед испарением смеси просушивают в сушильном шкафу в течение 15 мин. при 105-110°С.

5. Спектральный анализ проб

Анализируемую смесь высыпают на ленту транспортера, распределяют равномерно по всей ее длине и включают кнопку " пуск" квантометра. В автоматическом режиме идут "обжиг", " экспозиция" и "опрос каналов". При опросе каналов с табло цифрового вольтметра последовательно для каждого определяемого элемента снимают показания n, пропорциональные логарифму относительной интенсивности :

---

x/ Эта линия выведена специально для корректирования щелей IУ каретки, и железо по ней не определяют.

$$n = B \lg \frac{J_{ан}}{J_{ср}},$$

где $J_{ан}$ и $J_{ср}$ - интенсивности спектральных линий определяемого элемента и элемента сравнения /меди/.

B - константа.

Значения n записывают или они автоматически печатаются на перфоленту.

Перед анализом следующей пробы прочищают подающую трубку аппарата УСА-5 по всей ее длине с помощью ерша.

Все анализируемые пробы экспонируют два раза подряд и усредняют значения n. Все эталонные и стандартные образцы экспонируют по одному разу.

Значения n для эталонных и стандартных образцов, полученные за несколько дней работы квантометра /подряд любые 2-4 дня работы на протяжении 15-30 дней/, усредняют[x]. По этим данным строят для каждого элемента градуировочный график в координатах $[n; \lg C]$, где C - содержание элемента в эталонных образцах.

Так как результаты определения, найденные по графику, построенному по искусственным эталонным образцам, недостаточно достоверны для титана, бериллия и бария, на ту же координатную сетку наносят точки по стандартным образцам и строят по ним второй график. Если этих точек мало, то график проводят приблизительно параллельно первому. Находят, каким содержаниям на графике, построенном по стандартным образцам, соответствуют содержания, по которым построен первый график, и эти содержания условно принимают за содержания элемента в эталонных образцах. В дальнейшем градуировочные графики строят по этим условным содержаниям элемента в эталонном образце.

Градуировочные графики для определения железа строят только по стандартным образцам горных пород.

Типичные градуировочные графики приведены на рис.1 и 2.

---

x/ Усредненные значения не должны различаться более чем на 0,03 кроме предельно малых содержаний. В противном случае результаты анализа бракуют и выясняют причины нестабильности работы установки.

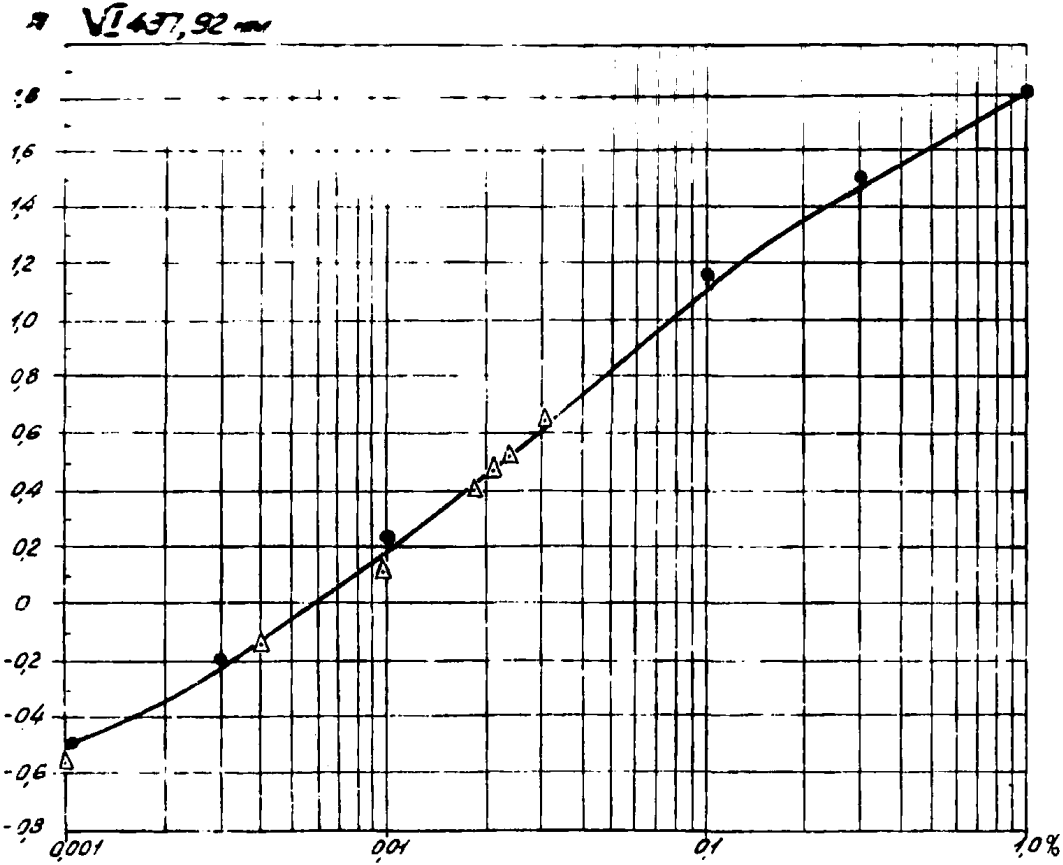

Рис.I. Градуировочный график для определения ванадия.
● – эталоны на гранитной основе; △ – стандартные образцы.

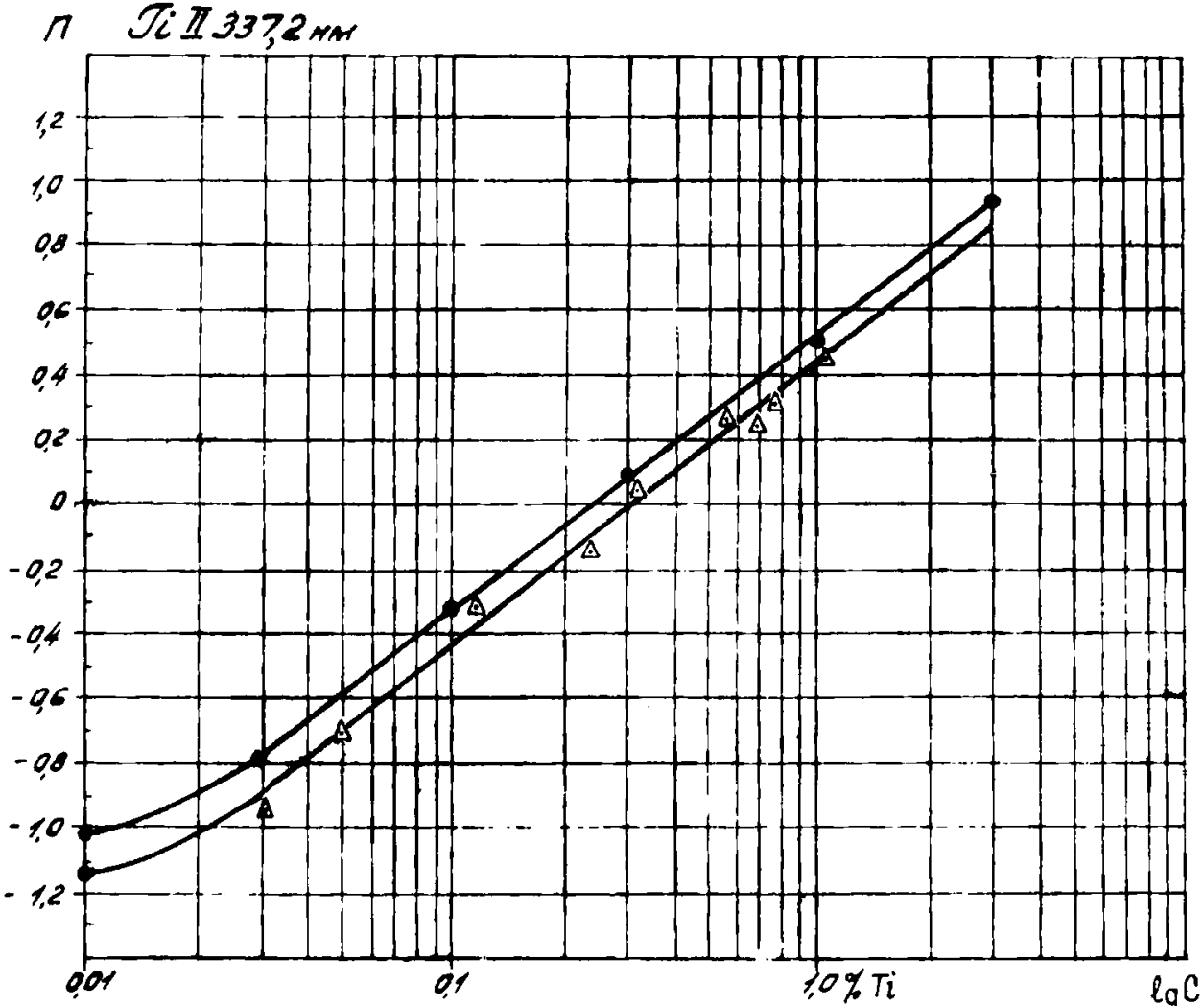

Рис.2. Градуировочный график для определения титана.
● - эталоны на гранитной основе; Δ - стандартные образцы.

По этим графикам находят содержание определяемых элементов в пробах. При этом учитывают возможное перекрытие аналитических линий линиями других элементов /см.табл.3/ и прежде всего линиями железа и титана. Поэтому железо и титан определяют в первую очередь. Если они присутствуют в количествах, мешающих определению какого-либо элемента /графа 6 табл. 3/, то нижний предел определяемых содержаний этого элемента увеличивают до значения, указанного в графе 7 табл. 3.

Обработка результатов на ЭВМ повышает экспрессность спектрального анализа и устраняет грубые случайные ошибки. Производительность труда увеличивается при этом приблизительно в два раза.

Техника безопасности

При работе с высоким напряжением, электрической дугой, а также с порошковыми пробами необходимо строго соблюдать меры безопасности, предусмотренные специальной инструкцией[I].

Литература

I. Инструкция по технике безопасности при лабораторных работах, М.,ВИЭМС,I976.

2. Лонщих С.В., Недлер В.В.,Райхбаум Я.Д., Хохлов В.В. Спектральный анализ при поисках рудных месторождений. Л., "Недра", I969, с.78-80.

3. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ.М., ВИМС,I975.

4.Русанов А.К., Хитров В.Г. Спектральный анализ руд с введением порошков воздухом в дуговой разряд.Зав.лаб.,23, №2, I957, I75-I84.

5. Сердобова Л.И. Квантометрический спектральный анализ пород и минералов с вдуванием порошковых руд в дугу В сб. "Прикладная геохимия и минералогия" М.,ИМГРЭ,I977, с. 66-73.

6. Сердобова Л.И., Воронов В.С. Анализ пород на квантометре ДФС-36 с обработкой результатов измерений на ЭВМ ЕС-I020, Зав.лаб. 44,№ 4, I978, 429-43I.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Рекомендации по выведению выходных щелей квантометра на аналитические линии

Для выведения выходных щелей квантометра на аналитические линии рекомендуется применять высокочастотные спектральные безэлектродные лампы ВСБ-2, питающиеся от прибора питания ПШБЛ-3М/ или ПШБЛ-3/.

Лампу ВСБ-2 устанавливают на рельс, включают прибор питания согласно инструкции, устанавливают силу тока согласно паспорту лампы и после прогревания лампы выводят щель на аналитическую линию[X/]. Затем меняют лампу и таким же образом выводят другую щель и т.д.

При отсутствии спектральной лампы ВСБ-2 или прибора питания ПШБЛ-3М щели выводят согласно инструкции к квантометру: зажигают дугу переменного тока между верхним /медный стержень/ и нижним подставным электродами. Нижним электродом служат чистые металлы или сплавы с достаточно высоким содержанием определяемого элемента, на спектральную линию которого выводят щель. Если такой металл или сплав не удается подобрать, то химическое соединение этого элемента помещают в канал угольного электрода в чистом виде или в виде смеси с угольным порошком и испаряют в дуге переменного тока.

X/ Щель квантометра в этом случае освещается с помощью растрового конденсора.

Изъятые из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52-Х № 53-Х	№ 03-Х
№ 92-Х	№ II3-Х
№ 90-Х	№ II5-Х
№ 9-ЯФ	№ II6-ЯФ
№ I3-Х	№ II9-Х
№ I07-С	№ I4I-С
№ 8-С	№ I50-С
№ 95-ЯФ	№ I58-ЯФ
№ 69-Х	№ I63-Х

Заказ № I45. Л-79520. I5/XI-79г. Объем I,3 уч.-изд.л.
Тираж 650
Ротапринт ОЭП ВИМСа

ВИМС
Научным советом по аналитическим методам
[illegible].1974г.

"[illegible]"
Начальник управления научно-исследовательских организаций Мингео СССР, член коллегии
25 декабря 1974г. [illegible].ЛАВЕРОВ

КЛАССИФИКАЦИЯ

ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Категория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Коэффициент к допустимому среднеквадратичному отклонению
I	Особо точный анализ	Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения, регламентируемого инструкцией внутрилабораторного контроля[x] (см. Приложение)	0,33
II	Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,I%, должна лежать в интервале 99,5±I,50%	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,0I%, должна лежать в интервале 99,9±I,50%	
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения	0,33
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения	I
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,I%, должна лежать в интервале 99,5±0,80%	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,0I%, должна лежать в интервале 99,9±0,80%	
III	Анализ рядовых проб	Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
IV	Анализ технологических продуктов	Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	I-2
V	Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
VI	Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
VII	Полуколичественный анализ		Воспроизводимость определения 4-10 цифр (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68%
VIII	Качественный анализ		Точность определения не нормируется

Количественный анализ

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

gost.e-ecolog.ru