МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО НЕДРОПОЛЬЗОВАНИЮ

ФЕДЕРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И СЕРТИФИКАЦИИ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ «ВИМС»



Научный совет по
аналитическим методам

Химико-спектральные методы
Методика № 140 - С

ЗОЛОТО

МЕТОДИКА ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, РУДАХ, ПОЧВАХ И МИНЕРАЛАХ ЭМИССИОННЫМ СПЕКТРАЛЬНЫМ МЕТОДОМ ПОСЛЕ СОРБЦИИ ЗОЛОТА НА УГЛЕ

(редакция 2012г.)

Отраслевая методика V категории точности

Москва, 2012

gost.e-ecolog.ru

НСАМ № 140-С ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, РУДАХ, ПОЧВАХ И МИНЕРАЛАХ ЭМИССИОННЫМ СПЕКТРАЛЬНЫМ МЕТОДОМ ПОСЛЕ СОРБЦИИ ЗОЛОТА НА УГЛЕ

РАЗРАБОТАНА: ФГУП ЦНИГРИ, ОАО «КГИЛЦ», ОАО «Александровская опытно-методическая экспедиция», ОАО «ЛИЦИМС», ООО «ЗабНИИ»

ИСПОЛНИТЕЛИ: Шварцман И.С., Фалькова О.Б. (ЦНИГРИ), Маханькова Ф.П., Зотова Л.Я. (КГИЛЦ), Рабцун А.А., Грунская Н.И. (АОМЭ), Кандыбина Т.А., Шаренкова Н.Д., Хуснутдинов Г.К., (ОАО «ЛИЦИМС»),Намзаков Б.Б., Дерябина Н.А. (ООО «ЗабНИИ»)

РАССМОТРЕНА И РЕКОМЕНДОВАНА К УТВЕРЖДЕНИЮ: Научным советом по аналитическим методам (НСАМ) (протокол № 27 от 25.12.1975 г.)

ДОПОЛНЕНА И АКТУАЛИЗИРОВАНА: Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского» (ФГУП «ВИМС»)

УТВЕРЖДЕНА: Федеральным научно-методическим центром лабораторных исследований и сертификации минерального сырья «ВИМС» МПР России

Руководитель ФНМЦ «ВИМС» А.А. Рогожин

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

Ученый секретарь НСАМ И.И. Ларионова

©ФГУП «ВИМС» 2011

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДИКИ

Настоящий документ устанавливает методику химико-спектрального анализа горных пород, полиметаллических и золотосодержащих руд, донных отложений, почв, а также силикатных и сульфидных минералов для определения в них содержания золота в диапазоне от 0,002 до 2,0 г/т ($2 \cdot 10^{-7}$-$2 \cdot 10^{-4}$ массовая доля, %) химико-спектральным методом. В методике используется метод испарения вещества из канала угольного электрода методом испарения и метод вдувания вещества в электрическую дугу переменного тока (метод просыпки) после сорбции золота на угле.

2 ХАРАКТЕРИСТИКА ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Границы суммарной погрешности результата измерений содержания золота в определяемых объектах 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.

Таблица 1 - Границы суммарной погрешности

Диапазон измерений золота, г/т	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, г/т	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, г/т	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95), ±Δ, г/т
от 0,002 до 2,0 вкл.	0,18 С	0,36 С	0,71 С

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

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

3.1 Средства измерений

- Спектрограф марки ИСП-28 (ИСП-22, ИСП-30).
- Дифракционный спектрограф ДФС-8, ДФС-13.
- Анализатор многоканальный атомно-эмиссионных спектров (МАЭС).
- Микрофотометр МФ-2.
- Бинокулярный микроскоп МБС-10.
- Весы лабораторные аналитические BP 221S, I (специального) класса точности с дискретностью 0,1 мг и средним квадратическим отклонением не более 0,3 мг по ГОСТ Р 53228-2008.
- Весы лабораторные CPA 6202 S, II (высокого) класса точности с дискретностью 10 мг по ГОСТ Р 53228-2008.
- Колбы мерные 1-200-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки мерные 1-2-5 (10) по ГОСТ 29169-91.
- Пипетки мерные 1-2-1-1 (2) по ГОСТ 29227-91.
- Цилиндры мерные 1-10 (25, 100, 250, 500) по ГОСТ 1770-74.
- Секундомер.
- Сито с отверстиями 150-200 мкм.

3.2 Вспомогательное оборудование, посуда

- Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919-83.
- Муфельная печь с температурой нагрева не ниже 1 000°С и регулятором температуры, по ТУ 16.531.641-78.
- Шкаф сушильный, обеспечивающий условия сушки при температуре 105-110°С.
- Песчаная баня.
- Штатив дуговой вертикальный с осветителем.
- Генератор дуги ДГ-2 или ПС-39.
- Реостат балластный на 20-30 А с сопротивлением не менее 20 Ом.
- Электроагитатор с подогревом до 100°С и регулируемой температурой.
- Насос водоструйный или вакуумный.
- Станок и фрезы для заточки электродов.

- Спектропроектор СПП-2, ПС-18.
- Колбы конические КН-2-250-34, ТХС, по ГОСТ 25336-82.
- Стаканы В-1-150, ТХС, по ГОСТ 25336-82.
- Воронки В-36-80 ТХС, по ГОСТ 25336-82.
- Воронки Бюхнера диаметром 9 см по ГОСТ 25336-82.
- Лодочки фарфоровые № 4 размером 76×52×10 по ГОСТ 9147-80.
- Тигли фарфоровые № 3. по ГОСТ 9147-80.
- Чашки фарфоровые диаметром 6-12 см по ГОСТ 9147-80.
- Ступка агатовая или яшмовая.

3.3 Стандартные образцы состава

Стандартные образцы состава (МСО, ГСО, ОСО) с аттестованным содержанием золота, установленным с погрешностью аттестации незначимой по сравнению с погрешностью методики (таблица 1). МСО, ГСО, ОСО должны быть близкими по составу и содержанию золота к анализируемым пробам.

3.4 Реактивы и материалы

- Кислота азотная, хч, по ГОСТ 4461-77.
- Кислота соляная, осч, по ГОСТ 14261-77.
- Калий хлористый, хч или спектрально чистый, по ГОСТ 4234-77.
- Золото 99,99, по ГОСТ 6835-2002.
- Платина, по ГОСТ 13498-2010.
- Спирт этиловый, по ГОСТ 18300-87.
- Вода дистиллированная, по ГОСТ 6709-72.
- Уголь активированный (порошок с малой зольностью), ОУ марки А и Б или БАУ.
- Угли спектральные марки С-3, диаметром 6 мм и угольный порошок из углей этой марки крупностью не более 0,074 мм..
- Фотопластины размером 9×12 см тип ПФС-03, чувствительность 16 единиц.
- Фотоматериалы, стандартный набор № 1 .
- Фильтры обеззоленные «синяя лента» диаметром 9 см, по ТУ 6-09-1678-96.

Допускается использование других типов средств измерения, посуды, вспомогательного оборудования, с характеристиками не хуже, чем приведенные в п. 3.1, 3.2. Все используемые реактивы п. 3.4. должны иметь аналитический класс чистоты (чда, хч или осч).

4 МЕТОД АНАЛИЗА

Метод химико-спектрального определения золота заключается в переведении золота из пробы в раствор смесью соляной и азотной кислот, сорбции золота на активированном угле, десорбции мешающих элементов с угля, и спектральном анализе непосредственно угля или смеси его золы с буфером [1, 2, 7, 8].

Перед анализом пробу обжигают, чтобы перевести содержащееся в ней железо в форму, менее растворимую в смеси кислот; чтобы удалить серу, что особенно важно при анализе проб с повышенным содержанием сульфидов (при исключении обжига в таких пробах наблюдаются потери золота); увеличить число микротрещин и пор в частицах пробы для повышения степени извлечения золота из пробы.

Для переведения золота в раствор навеску пробы обрабатывают смесью соляной и азотной кислот при нагревании при температуре 70-75°С в течение 1-1,5 часов.

Извлечение золота из раствора и отделение его от основной массы сопутствующих «третьих» элементов, находящихся в фильтрате и мешающих его определению, сорбируют активированным углем.

Применение для этого 0,200-0,250 г угля вместо общепринятого количества 0,5-1,0 г [1-6] позволяет повысить чувствительность определения золота.

Для сорбции золота рекомендуется использовать активированный уголь с малой зольностью, так как это обеспечивает повышение коэффициента концентрирования. К таким сортам угля относится, в частности, уголь ОУ марки «Б» с зольностью 0,3-0,5%. Можно использовать измельченные до 0,074 мм межугольные электроды.

Применение активированного угля в качестве сорбента золота [4] имеет ряд преимуществ, например, упрощает выполнение анализа и позволяет достигнуть высокой чувствительности определения золота. Однако и активированный уголь не избирателен по отношению к золоту. В процессе сорбции наряду с золотом сорбируются также многие из сопутствующих элементов, которые оказывают

влияние на определение золота. Состав золы угля и ее масса непостоянны. Оба эти фактора влияют на интенсивность спектральных линий золота.

Для устранения влияния «третьих» элементов предусмотрено их удаление с угля в динамических и в статистических условиях соляной кислотой, разбавленной 1:50.

Уголь озоляют при 600-800°С. При такой температуре озоления потери золота не обнаружены. [2,3].

Чтобы устранить влияние состава золы на результат анализа и повысить воспроизводимость определения, золу разбавляют буферной смесью в соотношении 1:4. Буфером служит угольный порошок, содержащий 0,3% платины и 5% хлористого калия или хлористого натрия. Угольный порошок способствует более равномерному испарению золы, а соль калия или натрия стабилизирует условия возбуждения в источнике света. В качестве внутреннего стандарта используют платину. Можно проводить анализ и без внутреннего стандарта.

Золото определяют по линиям Au I 267,59; Au I 242,79 и Au I 274,83 нм. Основная и наиболее чувствительная линия Au I 267,59. При анализе проб, содержащих вольфрам, на эту линию накладывается линия W I 267,59. В этом случае для определения золота используют линию Au I 242,79 нм. Контрольной линией, определяющей необходимость перехода к этой линии золота, является линия вольфрама W I 262,22 нм. При повышенном содержании золота анализ ведут по линии Au I 274,83 нм. Однако, на эту линии может накладываться линия хрома Cr I 274,83 нм. В таком случае следует вести анализ по линии Au I 267,59 нм. Контрольной линией, указывающей на присутствие хрома, является линия Cr I 240,86. Линией сравнения для всех линий золота служит линия платины Pt I 265,09 нм.

Спектральный анализ смеси активированного угля с буфером проводят методом испарения из канала угольного электрода. Источником света является дуга постоянного тока, горящая между вертикально расположенными угольными электродами.

Анализ проб сравнительно однообразного состава с небольшим содержанием примесей также проводят по описанной выше прописи, но с некоторыми упрощениями и измерениями, которые позволяют ускорить выполнение анализа.

Из хода анализа исключают динамический статический способы десорбции с угля мешающих элементов, озоления угля в муфельной печи и приготовление смеси

золы угля с буфером. Полученный порошок активированного угля высушивают в сушильном шкафу при температуре 105-110°С до постоянной массы.

Спектральный анализ неозоленного сорбента проводится методом просыпки с вдуванием порошка угля в электрическую дугу переменного тока.

Применение более стабильных источников питания, например, дуги переменного тока, работающего в режиме резонанса тока, где сила тока дуги не зависит от валового состава пробы, вводимой в разряд дуги, уменьшает влияние основы анализируемых проб (матричный эффект). Приемами для устранения влияния мешающих элементов относится также применение образцов сравнения максимально приближенных по валовому составу к анализируемым пробам.

Определение содержания золота в общих вариантах проводят визуально на спектрофотометре по методу сравнения почернения аналитических линий в анализируемой пробе и градуирвочных образцах. Результаты выдаются в г/т.

Фотоэлектрическую регистрацию спектров в последнее время заменяют на регистрацию с применением анализатора атомно-эмиссионных спектров (МАЭС), который предназначен для измерения интенсивности спектральных линий. Анализатор МАЭС осуществляет преобразование световых сигналов спектра в электрический сигнал и далее в цифровую форму, с передачей их в компьютер.

В состав анализатора МАЭС входят: блок многоканального детектора, блок электронной регистрации, блок питания, компьютерный интерфейс, кабель для управления источником излучения атомно-эмиссионного спектра, коаксиальный кабель, соединяющий интерфейс с блоком электронной регистрации.

Анализатор МАЭС устанавливается на выходе спектрографов (типа ИСП-28, ИСП-30, ДФС-13, ДФС-452, ДФС-458С, PGS-2 СТЭ-1 и др.) вместо фотопластинок.

Интерпретацию, расшифровку спектров построение градуировочных характеристик, расчет содержаний золота осуществляют с помощью программного пакета «АТОМ»

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении анализа следует соблюдать требования техники безопасности 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.

При выполнении анализа необходимо соблюдать меры безопасности, предусмотренные в Инструкции по технике безопасности при лабораторных работах и руководстве по эксплуатации приборов.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению анализа и обработке его результатов допускают лиц, имеющих высшее или среднее техническое образование, опыт работы в химико-спектральной лаборатории. Специалист должен пройти соответствующий инструктаж, освоить метод.

Перед выполнением анализа оператор проводит оперативный контроль процедуры анализа в соответствии с ОСТ 41-08-214-04.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

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

температура окружающего воздуха, °С	20±5;
атмосферное давление, кПа (мм рт.ст.)	101±4 (760±30);
относительная влажность воздуха, %	65±15;
напряжение в сети, В	220±22;
частота переменного тока, Гц	50±1.

При эксплуатации МАЭС помещения должны кондиционироваться. Колебания температуры в течение смены не должно превышать ±2°С.

8 ОТБОР, ПОДГОТОВКА И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб горных пород, полиметаллических и золотосодержащих руд, а также силикатных и сульфидных минералов осуществляется по действующим у заказчика нормативным документам.

Отбор проб почв осуществляется по ГОСТ 17.4.3.01-83, ГОСТ 17.4.4.02-84 и ГОСТ 28168-89, донных отложений по ПНД Ф 12.1:2:2.2:2.3.2-2003.

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 приборов к работе

Подготовку приборов к работе и оптимизацию условий измерений производят в соответствии с инструкцией по эксплуатации приборов. Приборы должны быть поверены.

9.2 Приготовление вспомогательных растворов

9.2.1 Приготовление раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1

Смешивают равные объемы дистиллированной воды и соляной кислоты. Срок хранения один год.

9.2.2 Приготовление раствора соляной кислоты, разбавленной 1:50

В стакан на 600 $см^3$ приливают 500 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют 10 $см^3$ соляной кислоты и перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.3 Приготовление смеси соляной и азотной кислоты (3:1) («царская водка»)

К трем объемам соляной кислоты прибавляют один объем азотной кислоты, перемешивают. Раствор должен быть свежеприготовленным.

9.2.4 Приготовление раствора платины

Навеску чистой платины массой 450,0 мг помещают в коническую колбу на 250 $см^3$, приливают 50 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (реактив 9.2.3) и ставят колбу на электроплитку, покрытую асбестом. Платину растворяют при кипячении в течение 3-4 часов, периодически прибавляя по мере выпаривания раствора два-три раза по 40-50 $см^3$ «царской водки». После растворения платины в колбу приливают приблизительно 150 $см^3$ дистиллированной воды.

9.2.5 Приготовление буферной смеси

Для приготовления 150 г буферной смеси навеску угольного порошка массой 142,5 г помещают в фарфоровую чашку, приливают весь раствор платины (реактив 9.2.4) и выпаривают его на электрической плитке. Затем угольный порошок перемешивают в ступке с добавлением спирта до полного удаления спирта, добавляют 7,5 г хлористого калия и снова перемешивают с добавлением спирта до полного его удаления. Полученная буферная смесь содержит 0,3 % платины и 5 % хлористого калия. Перед применением смесь проверяют на отсутствие золота.

9.2.6 Приготовление угля с малой зольностью (0,3-0,5 %)

Навеску угля марки ОА «А», «Б» или БАУ массой 700 г помещают в стакан на 1 $дм^3$ заливают раствором соляной кислоты, разбавленной (1:1), чтобы уголь был покрыт кислотой, оставляют на ночь, затем приливают горячую дистиллированную воду и промывают хорошо перемешивая. По мере осаждения угля раствор кислоты сливают и вновь заливают осадок горячей водой. Процедуру повторяют утром и вечером в течение двух недель.

Угольный порошок предварительно проверяют на отсутствие золота, фотографируя несколько его спектров. В спектрах должны отсутствовать аналитические линии золота.

9.2.7 Приготовление основы для градуировочных образцов.

В качестве основы применяют смесь буфера (реактив 9.2.5) с породой в отношении 4:1, свободной от золота и истертой до 200 меш (0,074 мм). Порода должна иметь состав, близкий к составу золы активированного угля. Для активированного угля ОУ марки «Б» такой породой может служить габбро-диорит.

Тщательно истирают в агатовой или яшмовой ступке с добавлением спирта 13 г породы и 52 г буферной смеси. Получают 65 г основы, которую проверяют на отсутствие золота.

9.3 Приготовление градуировочного раствора золота с концентрацией 200 мкг/см^3 (головной раствор)

Для приготовления раствора навеску чистого золота массой 40,0 мг помещают в коническую колбу на 250 см^3, приливают 50 см^3 свежеприготовленной «царской водки» и ставят колбу на агитатор, прикрыв ее фарфоровым тиглем № 3. Золото растворяют при непрерывном перемешивании и нагревании при 70-75°С в течение 1 часа. Полученный раствор переносят в мерную колбу на 200 см^3. Коническую колбу ополаскивают несколько раз соляной кислотой (1:1). Доливают этой кислотой до метки и тщательно перемешивают. Колбу закрывают пробкой. Раствор может храниться до полного израсходования, так как при высокой кислотности раствора золото практически не сорбируется на стекле.

9.4 Приготовление градуировочных образцов золота

Для приготовления головного образца в мерную колбу на 250 см^3 наливают 75 см^3 градуировочного раствора золота с массовой концентрацией 200 мкг/см^3 и 75 см^3 (п. 9.3) смеси соляной и азотной кислот (3:1), перемешивают и получают градуировочный раствор золота, содержащий 100 мкг золота в 1 см^3. Отбирают пипеткой 30 порций этого раствора по 5 см^3, помещают их в колбы на 250 см^3 и приливают дистиллированную воду до 150 см^3. В каждую колбу вносят по 1 г активированного угля, проводят сорбцию золота и после фильтрования раствора озоляют оставшийся на фильтре уголь (см. п. 10). Золы объединяют. Получается около 120 мг золы (1 г активированного угля ОУ марки «Б» при озолении дает в среднем 4 мг золы). Полученную золу и 480 мг буферной смеси (п. 9.2.5) истирают в ступке с добавлением спирта - получают 600 мг образца с массовой долей золота 2,5 %. Этот головной образец разбавляют основой (900 мг) (п. 9.2.7) и получают 1,5 г образца, содержащего 1% золота. Этот образец снова разбавляют основой (1,5 г) и получают 3 г образца, содержащего 0,5 % золота. Продолжая последовательное разбавление, получают серию образцов, содержащих от 1% до

0,00020 % золота. Начиная с третьего образца для получения каждого последующего образца используют только часть предыдущего. Таким образом, часть каждого приготовляемого рабочего образца служит материалом для получения следующего образца. Для анализов применяются образцы, содержащие от 0,00020% до 0,20 % золота. Расчет приготовления образцов дан в таблице 2.

Если золы получено меньше 120 мг, следует добавить до этого количества золу активированного угля от «контрольного» опыта (см. получение золы от контрольного опыта в п. 10.1) и перемешать с 480 мг буферной смеси.. Если же масса золы превышает 120 мг, надо добавить к ней столько буферной смеси, чтобы сохранилось их отношение 1:4. При этом масса головного образца составит более 600 мг, а содержание золота в нем будет меньше 2,5%. Если добавить к такому головному образцу столько основы, чтобы суммарный вес составил 1,5 г, то серию остальных образцов можно приготовить также согласно данным в таблице 2.

Таблица 2 – Расчет для приготовления образцов для градуировки

№ п/п	Содержание золота в головном и в каждом последовательно разбавляемом образце, массовая доля %	Масса образца, взятая для разбавления, г	Масса основы, добавляемая для разбавления, г	Масса образца, получаемая после разбавления, г	Массовая доля золота в разбавленном образце, %	Масса образца, оставленная для выполнения анализов, г
1	2,5	0,6	0,9	1,5	1,0	–
2	1,0	1,5	1,5	3,0	0,5	–
3	0,5	3,0	4,5	7,5	0,2	3,5
4	0,2	4,0	4,0	8,0	0,1	3,0
5	0,1	5,0	5,0	10,0	0,05	5,0
6	0,05	5,0	7,5	12,5	0,02	7,5
7	0,02	5,0	5,0	10,0	0,01	5,0
8	0,01	5,0	5,0	10,0	0,005	5,0
9	0,005	5,0	7,5	12,5	0,002	7,5
10	0,002	5,0	5,0	10,0	0,001	5,0
11	0,001	5,0	5,0	10,0	0,0005	5,0
12	0,0005	5,0	7,5	12,5	0,0002	12,5

9.5 Приготовление контрольных градуировочных образцов золота

Пригодность полученных по п. 9.4. градуировочных образцов проверяют по контрольным образцам, приготовленным путем сорбции активированным углем определенных количеств золота.

Сначала готовят серию градуировочных растворов золота последовательным их разбавлением соляной кислотой (1:1) головного раствора золота, содержащий 200 мкг золота в 1 $см^3$ (п. 9.3). Расчет приготовления растворов дан в таблице 3. Указанные в таблице 3 растворы отмеряют пипетками и мерными цилиндрами.

Таблица 3 - Расчет приготовления градуировочных растворов

№ п/п	Массовая доля золота в головном и в каждом последовательно разбавляемом растворе, %	Количество разбавляемого раствора, $см^3$	Количество соляной кислоты (1:1), $см^3$	Количество полученного градуировочного раствора, $см^3$	Массовая доля золота в полученном градуировочном растворе, %
1	$2 \cdot 10^{-2}$	25	25	50	$1 \cdot 10^{-2}$
2	$1 \cdot 10^{-2}$	12	28	40	$3 \cdot 10^{-3}$
3	$1 \cdot 10^{-2}$	4	36	40	$1 \cdot 10^{-3}$
4	$3 \cdot 10^{-3}$	4	36	40	$3 \cdot 10^{-4}$
5	$1 \cdot 10^{-3}$	4	36	40	$1 \cdot 10^{-4}$
6	$3 \cdot 10^{-4}$	4	36	40	$3 \cdot 10^{-5}$
7	$1 \cdot 10^{-4}$	4	36	40	$1 \cdot 10^{-5}$
8	$3 \cdot 10^{-5}$	4	36	40	$3 \cdot 10^{-6}$
9	$1 \cdot 10^{-5}$	4	36	40	$1 \cdot 10^{-6}$
10	$3 \cdot 10^{-6}$	4	36	40	$3 \cdot 10^{-7}$

Градуировочные растворы золота с содержанием 10^{-2} - 10^{-3}% хранят в течение трех месяцев, с содержанием 10^{-4} - 10^{-5}% - один месяц, растворы с содержанием 10^{-6} - 10^{-7}% готовят в день применения. Хранят растворы в мерных колбах на 50 $см^3$ с притертыми пробками.

Для получения контрольных градуировочных образцов в конические колбы на 250 $см^3$ наливают по 10 $см^3$ каждого градуировочного раствора золота (в интервале содержаний от $3 \cdot 10^{-7}$ до $1 \cdot 10^{-4}$% (см. таблицу 3), доливают до 100 $см^3$ водой и выполняют все стадии анализа, начиная с добавления активированного угля. Для сорбции золота берут столько активированного угля, чтобы масса его золы была равна массе горной породы в навеске образца для градуировки, используемой в анализе. Так как для анализа природных проб берется навеска образца 10 мг, а соотношение массы породы и буферной смеси равно 1:4, то на долю породы приходится 2 мг; поэтому при использовании угля ОУ марки «Б» для получения 2 мг золы следует брать приблизительно 0,5 г угля*. Каждый контрольный образец готовят в количестве, достаточном для получения трех параллельных спектров. Для

того, чтобы проверить, не произошло ли заражения контрольных образцов золотом во время их приготовления, одновременно проводят два «контрольных» опыта.

Примечание:
*Величину навески следует уточнять для каждой новой партии активированного угля

9.6 Построение градуировочной характеристики

Для построения градуировочной характеристики на фотопластинку снимают спектры контрольных градуировочных образцов (п. 9.5), основных градуировочных образцов (п. 9.4)и смеси золы от «контрольных» опытов с буферной смесью, затем строят градуировочные характеристики для обеих серий образцов: контрольных и основных.

По оси абсцисс откладывают логарифмы содержания золота в основных образцах с соответствии с таблицей 3, для контрольных образцов – логарифмы содержаний золота в них (C_1 в массовых долях %), найденных по формуле:

$$C_1 = \frac{10 : C}{M}$$

где: C – массовая доля золота в градуировочном растворе, % (см. таблицу 3);
M – масса золы и буфера, г

Если градуировочные характеристики совпадают, то основные градуировочные образцы, приготовленные на основе породы, пригодны для анализа. Если же наблюдается их параллельное смещение, то такие образцы не могут быть использованы для анализа. Смещение градуировочной характеристики может быть вызвано несоответствием состава использованной для приготовления образцов породы составу золы. В этом случае необходимо найти более подходящую по составу породу или, если это не удается, заменить породу золой угля, для чего сжечь необходимое количество активированного угля, используемого для анализа.

Для приготовления новой партии образцов буферную смесь готовят заново. Для приготовления образцов и для анализа проб используют буферную смесь одного приготовления.

9.7 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят одновременно с измерением анализируемых проб. Средствами контроля являются приготовленные образцы для градуировки (не менее трех образцов, отвечающих по содержанию золота приблизительно началу, середине и концу градуировочной характеристики).

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

$$|C - C_0| \le 0{,}33\,\Delta,$$

где C - результат контрольного измерения массовой доли золота в образце для градуировки, %;

C_0 - аттестованное значение массовой доли золота в образце для градуировки, %;

Δ - значение характеристики погрешности, соответствующее массовой доли золота в образце для градуировки. Значения Δ приведены в таблице 1.

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, выясняют причины нестабильности градуировочной характеристики. После устранения несоответствий готовят новые градуировочные растворы, по которым строят новые градуировочные характеристики.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

При измерении содержаний золота химико-спектральным методом выполняют следующие операции.

10.1 Разложение пробы

Навеску пробы, истертой до 0,074 мм, массой 10,0 г высыпают в фарфоровую прямоугольную лодочку (толщина слоя пробы не более 5 мм) обжигают в муфельной печи при температуре 550-600°С в течение часа, если в пробах много органического вещества, то пробы обжигают два часа.

Остывшую обожженную пробу переносят в коническую колбу или стакан на 250см^3 смачивают водой, приливают 20 см^3 «царской водки» и нагревают колбу при перемешивании на агитаторе с подогревом 70-80°С в течение часа. Если проба содержит много легкорастворимых соединений (происходит бурная реакция с «царской водкой»), то в колбу добавляют еще 10 см^3 «царской водки» и вновь на агитаторе перемешивают с нагреванием в течение 45-60 минут.

В колбу доливают горячую дистиллированную воду до 100-150 см^3, полученный раствор взбалтывают и дважды фильтруют на воронке Бюхнера. Второй раз фильтруют через тот же фильтр, на котором находится весь осадок после первого фильтрования. Можно содержимое оставить на ночь для отстаивания и затем декантировать раствор в колбу на 150 см^3. Осадок отбросить.

Примечание:
Если полученный раствор непрозрачен, фильтрование повторяют или добавляют 8см^3 соляной кислоты (1:1) и нагревают до осветления. Для проб с большим содержанием сурьмы и висмута к фильтрату приливают 20 см^3 соляной кислоты, для проб с повышенным содержанием бария – 50 см^3 азотной кислоты. Затем раствор снова фильтруют.

Для «контрольного» опыта в колбу емкостью 250 см^3 помещают 20 см^3 «царской водки» и выполняют все операции за исключением двукратного фильтрования раствора и промывания осадка.

При разложении с каждой партии проб ведут «контрольный» опыт на реактивах.

10.2 Сорбция золота на активированном угле

В фильтрат или его аликвотную часть вносят 0,2-0,25 г активированного угля ОУ марки «Б»*. Адсорбцию проводят в течение 15-20 минут при перемешивании на агитаторе, затем уголь отфильтровывают через фильтр на воронке Бюхнера и приливают в эту воронку для десорбции мешающих элементов в динамических условиях 100 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:50. После десорбции фильтр с углем складывают, разрывают на несколько частей, помещают в коническую колбу на 250 $см^3$, наливают 150 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:50, и перемешивают на агитаторе в течение 25 минут, то есть, десорбируют мешающие элементы в статических условиях. Содержимое колбы вновь отфильтровывают на воронке Бюхнера, фильтр с углем и кусочками фильтра помещают в тигель № 3 (низкий) и ставят тигель в холодную муфельную печь. Нагревают печь до температуры 600-700°С и озоляют уголь сначала с закрытой дверцей (примерно один час). После того, как пробы отдымят, дверцу приоткрывают и в течение 2-2,5 часов пробы озоляют при доступе воздуха (дверца печи должна быть приоткрыта). К золе добавляют 8 мг буфера** и перемешивают стеклянной палочкой в течение 2-5 минут и далее проводят спектральный анализ по методу испарения из канала угольного электрода.

Примечание:

* Можно использовать активированный уголь малой зольности и другой марки.

** Для активированного угля ОУ марки «Б» средняя масса золы при анализе проб обычно составляет около 2 мг. При использовании угля другой марки, а также для каждой новой партии угля следует установить среднюю массу золы и рассчитать навеску добавляемого буфера, чтобы их соотношение было равно 1:4. Если при анализе отдельных проб масса золы будет превышать среднюю массу более, чем на 50%, используют для анализа часть золы, соответствующую ее средней массе, и учитывают это при вычислении содержания золота. Для взвешивания буфера применяют аналитические весы.

Для золы с повышенным объемом (например, при анализе проб, богатых железом) увеличивают продолжительность перемешивания.

Адсорбцию золота из растворов полученных при анализе проб однообразного простого состава проводят аналогично, описанному выше, но в более ускоренном варианте. Фильтрование угля можно проводить через обычную воронку с фильтром «синяя лента». Осадок на фильтре достаточно промывать 2-3 раза теплой водой или теплым раствором соляной кислоты (1:50).

Фильтр с адсорбентом подсушивают в сушильном шкафу при температуре 105-110°С до постоянной массы в течение 1,5-2,0 часов, пересыпают в бумажный пакетик и далее проводят спектральный анализ по методу просыпки

10.3 Спектральный анализ

10.3.1 Испарение из канала угольного электрода (метод испарения)

Смесь угля с буфером помещают в кратер угольного электрода глубиной 3 мм и внутренним диаметром 4 мм, который служит анодом. Поверхность заполненного кратера покрывают чистым кусочком кальки и, придерживая ее сверху, утрамбовывают полученную смесь постукиванием электрода о поверхность стола. Таким же образом заполняют кратер электрода навеской градуировочного образца. Верхний электрод заточен на конус торцом диаметром 1,5 мм.

Электроды устанавливают в штатив и при помощи световой проекции выводят на оптическую ось. Концы электродов сводят на расстояние 2 мм. Подают напряжение постоянного тока на электроды и включают высокочастотный разряд от ДГ-2, который сразу выключают после зажигания дуги. Спектр экспонируют в течение 40 секунд при силе тока 13-14 А. Величину межэлектродного промежутка поддерживают постоянной в течение всей экспозиции, контролируя положение концов электродов по экрану промежуточной диафрагмы. Ширина щели* спектрографа ДФС-8 находится в пределах 0,013-0,020 мм. Регистрируют область спектра 220-350 нм, используют фотопластинки ПФС-0,3 или ПФС-02, размером 9×12 см с чувствительностью 9 или 16 единиц и проявитель № 1.

Примечание:

* Ширину щели прибора подбирают таким образом, чтобы почернение фона около аналитической линии золота находилось в начале прямолинейной части характеристической кривой используемых фотопластинок.

Интерпретацию спектрограмм проводят на микрофотометре МФ 2, путем визуального сравнения почернений аналитических линий золота в спектрах проб с почернениями этих линий в спектрах градуировочных образцов. Спектры градуировочных образцов фотографируются на отдельной фотопластинке в тех же условиях, что и спектры рабочих проб.

Таблица 4 – Аналитические линии золота

Аналитическая линия, нм	Чувствительность (г/т)	Аналитическая линия, нм	Чувствительность (г/т)
267,59	0,002	235,27	0,500
242,80	0,002	264,14	0,500
274,83	0,050	268,87	2,000

Градуировочные характеристики строят по спектрам градуировочных образцов в системе координат $\lg\frac{J_{Au}}{J_{Pt}}$ и $\lg C$, или ΔS и $\lg C$, где ΔS – разность почернений линий золота и платины. Систему координат ΔS и $\lg C$ применяют при значительных почернениях линий золота ($S_{Au+\phi} \geq 1{,}1$ для линии 267,59 нм и $S_{Au+\phi} \geq 1{,}3$ для линии 274,83) и при разности почернений линий золота и фона, превышающей 0,60 для обеих линий.

Смеси буфера с природной пробой, в которые входят рассчитанные количества золота, природная проба должна быть свободна от золота и иметь химический состав, близкий к составу золы. Замена золы активированного угля природной пробой позволяет отказаться от трудоемкой операции приготовления в качестве основы большого количества золы.

Для того чтобы проверить, что в процессе анализа не произошло заражения анализируемой пробы золотом, а также проконтролировать чистоту реактивов и воды, одновременно с анализом каждой партии проб ведут контрольный опыт.

10.3.2 Спектральный анализ неозоленного сорбента производится методом вдувания порошка в дугу горизонтально расположенных электродов (метод просыпки) на спектрографе ДФС-8-2 и модернизированной установке спектрального анализа УСА-5, экспозиция 30 секунд.

Спектрограммы получают при следующих условиях:

Освещение щели спектрографа – однолинзовое;

Щель спектрографа в пределах 0,013-0,020 мм;

Шкала длин волн спектрографа – 285 нм;

Сила тока – 25 А;

Фотопластинки СП-ЭС с чувствительностью около 10 единиц;

Проявитель стандартный № 1.

Порошок сорбента также можно равномерно распределить по длине транспортерной ленты аппарата АИ-3 и в течение 25 секунд сжигать в плазме горизонтальной однофазной дуги переменного тока силой 25 А. Щель спектрографа ДФС-13 освещают с помощью двухлинзовой осветительной системы. Фотографируют область спектра 260-310 нм. Используются фотопластины ПФС-03, размером 90*120 мм, чувствительность 16 единиц.

Содержание золота в пробе определяют визуально с помощью бинокулярного микроскопа МБС-9 или МБС-10 или на спектрофотометрах типа ИС-18, СИИ-2 путем сравнения почернений аналитических линий золота в спектрах проб с почернениями этих линий в спектрах градуировочных образцов. Спектры последних фотографируют на отдельной фотопластинке в тех же условиях, что и спектры рабочих проб. Аналитические линии золота даны в таблице 4 по порядку проявления их в спектре.

Спектральный анализ неозоленного сорбента методом вдувания в дуговой разряд может осуществляться также с использованием многокомпонентного анализатора атомно-эмиссионных спектров МАЭС.

Измельченная проба помещается в мерочку №3 (~0,4г.), равномерно с помощью шаблона распределяется на ленте транспортера установки УСА-5 и просыпается между угольными электродами, заточенными на конус.

Возбуждение спектра осуществляется от модернизированного дугового генератора ДГ-2, работающего в режиме резонанса переменного тока в 20А, время экспозиции – 30сек, скорость отсоса – 2м/сек.

Спектры получают при следующих условиях: спектрограф ДФС-8-1 с дифракционной решеткой 600штр/мм, освещение щели – трехлинзовое, ширина щели в пределах 0,01-0,02мм, регистрируемая область спектра - 239-342нм.

Интерпретацию, расшифровку спектров, построение градуировочных характеристик, расчет содержаний элементов осуществляют с помощью программного пакета «Атом».

Расчет содержания элементов проводят с помощью градуировочных характеристик построенных в координатах (lgC, lgI), где С – концентрация элемента градуировочном в образце, I – интенсивность линии золота минус фон вычисленный под линией золота. В качестве градуировочных образцов сравнения используют стандартные образцы близкие по составу к анализируемым пробам.

11 ОБРАБОТКА (ВЫЧИСЛЕНИЕ) РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Вычисление результатов анализа при определении содержания золота проводится следующим образом:

11.1 Содержание золота в пробе находят по формуле:

$$C = \frac{C_1 \cdot M}{P} \cdot 10000 \text{ г/т} \qquad (1)$$

где: C_1 – содержание золота в смеси золы и буфера, г/т;

M – средняя масса* смеси золы и буфера или сорбента, г;

P – исходная навеска пробы, г.

Примечание:

Для использованной при разработке методики партии активированного угля ОУ марки «Б» средняя масса золы при анализе природных проб составлял 2 мг, а средняя масса смеси золы и буфера - 10 мг. Для каждой новой партии или марки активированного угля необходимо опытным путем определять среднюю массу золы, получаемой при анализе проб, и в соответствии с соотношением массы золы и массы буфера 1:4 найти значение М.

При использовании анализатора МАЭС интерпретацию, расшифровку спектров построение градуировочных характеристик, расчет содержаний золота осуществляют с помощью программный пакет «АТОМ»

11.2 За результат анализа содержания золота в пробе принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения предела повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 5.

11.3 Расхождения между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости $R_{0,95} = 2{,}77\sigma_R$. Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений не превышает $R_{0,95}$, эти результаты измерений считают согласующимися, и в качестве окончательного результата может использоваться их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости указаны в таблице 5. Если предел воспроизводимости

$R_{0,95}$ превышен, выясняют причины этого превышения (ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 5.3).

Таблица 5 - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерений золота, г/т	Предел внутрилабораторной прецизионности (для двух результатов анализа), $R_{0,90}$ (при P=0,90), г/т	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r, г/т	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа), $R_{0,95}$, г/т
от 0,002 до 2,0 вкл.	0,84 С	0,50 С	1,0 С

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

$$x \text{ и } \Delta,\ P = 0{,}95,$$

где: x – результат анализа содержания золота, г/т

Δ – показатель точности применяемой методики химико-спектрального анализа.

Значения Δ приведены в таблице 1. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение характеристики погрешности.

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

– Оперативный контроль исполнителем процедуры анализа.

– Контроль стабильности результатов анализа на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости и среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности.

Для контроля систематических расхождений должен выполняться внешний лабораторный контроль.

13.1 Алгоритм проведения оперативного контроля внутрилабораторной прецизионности, воспроизводимости и повторяемости

Контроль внутрилабораторной прецизионности и воспроизводимости проводят с использованием рабочих проб при вариации различных факторов (лаборатории, 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 компонента в одной и той же пробе с нормативом (пределом) контроля D.

Внутрилабораторную прецизионность или воспроизводимость признают удовлетворительной если:

$$D_k = |C_1 - C_2| \le D$$

Значения D принимают равными:

– пределу внутрилабораторной прецизионности $R_{0,90}$ для внутрилабораторного контроля при доверительной вероятности P=0,90 (см. табл. 5);

– пределу воспроизводимости $R_{0,95}$ для внешнего контроля при доверительной вероятности P=0,95 (см. табл. 5).

При необходимости исполнитель анализа выполняет контроль повторяемости (r) результатов. Предел повторяемости для двух результатов параллельных определений составляет $0,5r_{0,95}$ и приведен в таблице 5.

При превышении пределов внутрилабораторной прецизионности, воспроизводимости и повторяемости результаты считают браком.

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.

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 - С и его аттестованным значением - C_0, с нормативом контроля К.

Точность контрольного измерения - С признают удовлетворительной, если:

$|K_к| \le K$, где $K_к = C - C_0$

Норматив контроля погрешности (точности) К вычисляют по формуле:

К=0,84·Δ, Р=0,90.

где Δ – значение характеристики погрешности измерений (без учета знака), соответствующее содержанию компонента в образце для контроля. Значения Δ приведены в таблице 1.

И точность контрольного измерения - С признают неудовлетворительными, 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.

Допустимо результат анализа (измерений) в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

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

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.

14 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

14.1 Для обеспечения точности результатов анализа следует соблюдать условия анализа, изложенные в настоящей инструкции.

14.2 Геологические пробы характеризуются чрезвучайным многообразием химического и минералогического состава, поэтому рекомендуется следующий способ, позволяющий в случае необходимости установить, имеется ли это влияние. Так как с уменьшением исходной навески снижается влияние состава, следует проанализировать две части фильтра, полученного после выщелачивания золота – 1/10 и 9/10 раствора. Незначимость расхождения результатов определения золота в обеих частях (с учетом их объемов) показывает, что значимое влияние состава на результат определения отсутствует. Если такое влияние обнаружено, то надо брать

навеску 10 г и использовать для определения 1/10 часть фильтра.

14.3 При анализе партий проб, принадлежащих к этому же геологическому объекту, что и проанализированная ранее партия, в которой была обнаружена повышенная неоднородность, внутрилабораторный контроль качества анализов можно выполнять, используя только аликвотные части фильтратов.

14.4 Если неоднородность распределения золота устраняется, а партия все-таки бракуется, то это свидетельствует о неудовлетворительном качестве анализа. Если же расхождение между основными и повторными результатами удовлетворяют требования инструкции, то все результаты анализа партии проб считаются принятыми и подлежат выдачи заказчику.

ЛИТЕРАТУРА

1. Рубинович Р.С., Эпштейн Р.Я., Сошальская С.П. Спектрохимическое определение платины, палладия и золота в горных породах. ЖАХ, XVIII, 2, 1963.

2. Савичев Е.И., Шугуров Э.В. Химико-спектральный метод определения золота в геологических пробах. Зав.лаб. № 8, 1965.

3. Сальманова В.А. Количественное спектрально-химическое определение золота в минеральном сырье. Труды ВНИИ-1, т.XXV, 1966.

4. Сафронов Н.И. Комплексный химико-абсорбционный спектральный анализ рудных проб на золото. Материалы по геологии и полезным ископаемым Северо-Востока СССР. Изд-во «Советская Колыма», вып.9, Магадан, 1955.

5. Соловьева В.В. Исследование распределения золота в гранитоидах Чаткальского хребта на основе спектрального анализа с химико-адсорбционным обогащением. Автореферат диссертации. Фрунзе, 1971.

6. Титов Г.П., Попова К.П., Милюс А.В., Черепанов В.Г. Полуколичественный и количественный спектральный методы определения золота. Спектральный анализ в геологии и геохимии. Изд-во «Наука», М. 1967.

7. Шварцман С.И., Фалькова О.Б. Исследования влияния состава проб на количественное химико-спектральное определение золота в минеральном сырье. Ж. прикладной спектроскопии. Т. 22, № 1, 1975.

8. Шварцман С.И., Фалькова О.Б. О применении десорбции «третьих» элементов с активированного угля при химико-спектральном определении золота в минеральном сырье. Труды ЦНИГРИ, М., вып. III, 1974.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ ИМ. Н.М. ФЕДОРОВСКОГО» (ФГУП «ВИМС»)

119017, г. Москва, Старомонетный пер., д.31

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики химико-спектрального анализа

№ 140-01.00115-08-2012

Методика химическо-спектрального анализа:

Определение золота в горных породах, рудах, почвах и минералах эмиссионным спектральным методом после сорбции золота на угле

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации золота в диапазоне от 0,002 до 2,0 г/т

Разработана

ФГУП ЦНИГРИ, 117545 г. Москва, Варшавское шоссе, 129, корп. 1,
ОАО «КГИЛЦ» 184209, Мурманская обл., г. Апатиты, ул. Ферсмана, д. 26 В,
ОАО «АОМЭ» 601650, г.Алексанлров Владимирской обл., Красный пер.,6,
ОАО «ЛИЦИМС» 672090, Забайкальский край, г. Чита ул. Горького, 43,
ООО «ЗабНИИ» 672014, Чита, ул. Мостовая, 15

Обозначение

НСАМ № 140-С. Определение золота в горных породах, рудах, почвах и минералах эмиссионным спектральным методом после сорбции золота на угле, 2012 г., стр. 28

аттестована на соответствие ГОСТ Р 8.563-2009 и ОСТ 41-08-205-04.

Аттестация осуществлена: по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики количественного химического анализа.

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

Приложение: Метрологические характеристики методики количественного химического анализа на 1 листе.

Дата выдачи свидетельства: « 18 » июня 2012 г.

УТВЕРЖДЕНО

Первый Заместитель Генерального директора ФГУП «ВИМС» — А.А. Рогожин



Главный метролог ФГУП «ВИМС» — М.В. Мошкова

Приложение к свидетельству № 140-01.00115-08-2012
об аттестации методики химико-спектрального анализа

1. Диапазон измерений, значения показателей точности (погрешности), повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений золота, г/т	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, г/т	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, г/т	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95), ±Δ, г/т
от 0,002 до 2,0 вкл.	0,18 С	0,36 С	0,71 С

2. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95.

Диапазон измерений золота, г/т	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r, г/т	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа), R, г/т
от 0,002 до 2,0 вкл.	0,50 С	1,0 С

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- контроль правильности результатов анализа;

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

- контроль исполнителем процедуры выполнения анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры).

Контроль стабильности и правильности результатов анализа выполняют в соответствии с РМГ 76-2004.

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

Главный метролог ФГУП «ВИМС» **М.В. Мошкова**

gost.e-ecolog.ru