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



Научный совет по аналитическим методам

Спектральные методы

Инструкция № 107-С

СВИНЕЦ, МЫШЬЯК, СУРЬМА И ТЕЛЛУР В ЗОЛОТЕ

МОСКВА
1971

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа ГГК СССР № 229 от 18 мая 1964 года

7. Министерству геологии и охраны недр Казахской ССР, главным управлениям и управлениям геологии и охраны недр при Советах Министров союзных республик, научно-исследовательским институтам, организациям и учреждениям Госгеолкома СССР:

а) обязать лаборатории при выполнении количественных анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами, а также Научным советом, по мере утверждения последних ВИМСом.

При отсутствии ГОСТов и методов, утвержденных ВИМСом, разрешить временно применение методик, утвержденных в порядке, предусмотренном приказом от 1 января 1954 г. № 998;

в) выделить лиц, ответственных за выполнение лабораториями установленных настоящим приказом требований к применению наиболее прогрессивных методов анализа.

Приложение № 3, § 3. Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим путем.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР

Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Спектральные методы

Инструкция № 107-С

СПЕКТРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА, МЫШЬЯКА, СУРЬМЫ И ТЕЛЛУРА В ПРИРОДНОМ ЗОЛОТЕ

Всесоюзный научно исследовательский институт минерального сырья (ВИМС)

Москва, 1971

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964г. инструкция № 107-С рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых геохимических проб - УI категория.

(Протокол № 18 от 22 октября 1970г.)

Председатель НСАМ	В.Г. Сочеванов
Председатель секции спектральных методов	А.К. Русаков
Ученый секретарь	Р.С. Фридман

Инструкция № 107-С рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического Комитета СССР № 229 от 18 мая 1964г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 18 от 22.X.70г.) и рекомендована к применению с введением в действие с II/У-71г.

СПЕКТРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА, МЫШЬЯКА, СУРЬМЫ И ТЕЛЛУРА В ПРИРОДНОМ ЗОЛОТЕ[x)]

Сущность метода

Изучение химического состава природного золота позволяет решать некоторые вопросы, связанные с генезисом рудных и россыпных месторождений золота, а также выбирать оптимальные схемы извлечения и аффинажа золота.

Состав природного золота непостоянен, в частности, оно содержит от 1 до 50% серебра. Основными элементами-примесями природного золота являются свинец, мышьяк, сурьма, висмут, теллур, медь, железо и некоторые другие элементы.

Метод определения свинца, мышьяка, сурьмы и теллура в природном золоте, разработанный И.П. Ланцевым, Л.К. Денисовой и О.Б. Фальковой, заключается в испарении анализируемого образца из канала угольного электрода в дуге переменного тока и в измерении интенсивности излучения фотографическим способом[xx)].

Источником возбуждения спектра служит вертикальная дуга переменного тока силой 14 ампер. Для получения и фотографирования спектра применяют спектрограф ИСП-28. Продолжительность экспозиции - 40 сек; за это время определяемые элементы испаряются практически полностью.

---

x) Внесена в НСАМ спектральной лабораторией ЦНИГРИ, 1969г.

xx) Вопросы представительности, однородности и геолого-минералогических особенностей золотин в инструкции не рассматриваются.

Мышьяк определяют по линии As I 234,984 нм с чувствительностью 0,002%. При содержании мышьяка, близком к пределу чувствительности, его определению мешает компонента молекулярного спектра SiO, накладывающаяся на линию мышьяка[3]. Если применяемые угли заражены кремнием, вводят поправку на его содержание. При этом градуировочный график становится прямолинейным. В качестве внутреннего стандарта для мышьяка используют фон.

Теллур определяют по линии Te I 238,576 нм, сурьму – по линии Sb I 259,805-259,809 нм, свинец – по линиям Pb I 283,307 нм и Pb I 239,379 нм. Более чувствительная линия свинца Pb I 283,307 нм является резонансной и склонна к самообращению, поэтому по ней можно определять свинец при его содержании не выше 0,06%.

Элементом сравнения для свинца, сурьмы и теллура служит золото (Au I 237,628 нм). Интенсивность линии золота при прочих равных условиях зависит от содержания его в природных золотинах и в сплавах (то-есть, от пробы[x] золота). Если определять свинец, сурьму, теллур, не учитывая различия в содержании золота в анализируемом образце и в стандартном образце (сплаве), то систематическая ошибка анализа может быть очень значительной: при пробе золота 700-900 единиц – в 1,4-1,5 раза; при пробе золота 500-900 единиц – в 1,7-1,9 раза. Использование при определении этих же элементов фона спектра в качестве внутреннего стандарта также дает большие систематические ошибки: при пробе золота 700-900 единиц – в 1,2-1,4 раза; при пробе золота 500-900 единиц – в 1,4-1,8 раз. Поэтому, чтобы не вносить существенных систематических ошибок в результаты анализа, при построении градуировочных графиков пользуются приведенными[8], а не истинными содержаниями[xx] опре-

---

x) Проба – количество весовых единиц химически чистого металла, содержащегося в 1000 весовых единиц самородного металла или сплава. Пробу золота можно определить микроспектральным методом[4], атомно-абсорбционным[6], пробирным[7], упрощенным методом "пробирного" камня[7] и др.

xx) Приведенное содержание – в данном случае отношение содержания определяемого элемента к содержанию золота.

деляемых элементов. Использование приведенных содержаний позволяет анализировать природное золото любого химического состава по стандартным образцам, изготовленным на одной золото-серебряной основе. Если определяют содержание только мышьяка, пробу золотин знать не нужно.

Анализ выполняют по методу "трех эталонов" или по методу "постоянного графика". При определении по методу "постоянного графика" рекомендуется фотографировать на каждой пластинке I-3 спектра стандартных сплавов, по которым контролируют стабильность условий анализа.

Стандартными образцами служит серия сплавов золота и серебра с добавками определяемых элементов. Так как чаще всего природное золото содержит от 10 до 30% серебра, готовят сплавы, содержащие 80% золота и 20% серебра. Чтобы избежать потерь легколетучих эталонируемых элементов, компоненты стандартных образцов сплавляют в кварцевых эвакуированных ампулах при нагревании токами высокой частоты.

В процессе анализа через 0,5 - I сек после включения дуги самородное золото расплавляется и превращается в жидкую каплю (глобулу). При этом устраняются различия в форме, размерах и внутренней структуре природных золотин и стандартных образцов (сплавов).

Методика предназначена для определения 0,002-0,3% свинца, мышьяка, сурьмы и 0,003 - 0,3% теллура в природном золоте из навески 0,005 г.

Точность методики и соответствие ее допустимым расхождениям показаны в табл.I и 2. В таблицах даны пределы определяемых содержаний; коэффициент вариации, вычисленный на основании повторных анализов золотин различной пробы за продолжительный период; интервалы содержаний, соответствующие допустимым расхождениям (табл.3) и установленным допустимым расхождениям при однократном и двукратном анализе. Эти данные приведены отдельно для метода трех эталонов (табл.I) и для метода постоянного графика (табл.2).

Таблица I

Точность методики и ее соответствие допустимым расхождениям при определении по методу трех эталонов

Элемент	Интервал определяемых содержаний, абс. %	Точность (коэфф. вариации) V_{Σ}, % отн	Однократное определение		Двукратное определение	
			Допуск	Удвоенный допуск	Допуск	Удвоенный допуск
Свинец	0,002-0,3	I9	0,002-0,I	0,I-0,3	0,002-0,2	0,2 - 0,3
Мышьяк	0,002-0,3	I8	-	0,002-0,2	0,002-0,I	0,I - 0,3
Сурьма	0,002-0,3	I6	0,002-0,2	0,2 - 0,3	0,002-0,3	-
Теллур	0,003-0,3	I9	0,003-0,005	0,005-0,05	0,003-0,0I	0,0I- 0,I

Таблица 2

Точность методики и ее соответствие допустимым расхождениям при определении по методу постоянного графика

Элемент	Интервал определяемых содержаний, абс. %	Точность (коэфф. вариации) V_r, % отн.	Однократное определение		Двукратное определение	
			Допуск	Удвоенный допуск	Допуск	Удвоенный допуск
Свинец	0,002-0,3	18	0,002-0,1	0,1-0,3	0,002-0,2	0,2-0,3
Мышьяк	0,002-0,3	27	-	0,002-0,1	-	0,002-0,2
Сурьма	0,002-0,3	16	0,002-0,2	0,2 - 0,3	0,002-0,3	-
Теллур	0,003-0,3	20	0,003-0,005	0,005-0,02	0,003-0,01	0,01 -0,1

Таблица 8

Допустимые расхождения[2]

Фиксированные значения интервалов содержаний,%	Допустимые расхождения между первичными и повторными определениями, отн. %			
	Pb	As	Sb	Te
0,2- 0,499	34	2I	42	I4
0,I-0,I99	45	28	65	I6
0,05-0,099	49	37	73	20
0,02-0,049	-	-	78	26
0,0I-0,0I9	-	-	80	29
0,005-0,0099	-	-	-	44
0,002-0,0049	-	-	-	66

Реактивы и материалы

I. Кислота азотная ч.д.а., разбавленная I:3.

2. Кислота соляная ч.д.а., разбавленная I:I.

3. Кислота фтористоводородная ч.д.а., концентрированная.

4. Золото металлическое, чистотой 99,9999% (из расчета 0,0008г на один анализ).

5. Мышьяк элементарный, чистотой 98-99%.

6. Свинец металлический ч.

7. Серебро металлическое, чистотой 99,9999% (из расчета 0,0002г на один анализ).

8. Сурьма металлическая ч.

9. Теллур элементарный, чистотой 98-99%.

I0. Угли спектральные марки С-3 (или более чистые), диаметром 6 мм.

II. Фотопластинки "спектрографические, тип 2", чувств. I4-I5 ед., размером 9 х I2 см.

I2. Обычные реактивы и принадлежности для обработки фотопластинок.

I3. Основа для изготовления стандартных образцов[x]. Для удобства работы пластины золота и серебра разрезают на кусочки с помощью гильотинных ножниц. Чтобы устранить возможные загрязнения, кусочки металлов кипятят несколько минут в соляной кислоте I:I, промывают дистиллированной водой и сушат. Навески 320,00 г золота и 80,00 г серебра помещают в жаростойкую, промытую спиртом и высушенную кварцевую ампулу такого размера, чтобы полученный расплав занимал приблизительно одну треть ее объема. Ампулу с навеской присоединяют к форвакуумному насосу, откачивают воздух до давления $I.IO^{-3}$ мм рт.ст.и запаивают. Запаянную ампулу с помощью щипцов с асбестовым покрытием вводят в охлаждаемую водой спираль внешнего (выносного) индуктора электровакуумной установки для плавки тугоплавких металлов марки МВП-4М, питающегося от генератора ЛПЗ-37 током частотой 60 кгц. Через I5-20 секунд, когда металлы расплавятся, ампулу вынимают из индуктора, в течение I5 сек перемешивают ее содержимое вращательным движением, переворачивают вверх дном (для растворения налета металлов в верхней части ампулы)и снова помещают в индуктор. Это повторяют четыре-пять раз, затем ампулу для быстрого охлаждения опускают в бак с водой емкостью 40 л[xx]. Охлажденную ампулу вскрывают. Извлеченный слиток кипятят в соляной кислоте I:I, промывают водой, высушивают и взвешивают с точностью до 0,0Iг. Слиток разрезают гильотинными ножницами на такие кусочки, чтобы они входили в отверстия кварцевых ампул. Несколько кусочков прокатывают на ручных валках в ленту толщиной 0,I-0,5 мм, от которой отрезают мелкие частицы для добавления к кусочкам слитков при точном взвешивании. Нарезанные кусочки обрабатывают соляной кислотой. Полученный сплав, состоящий из 80%

x) Консультацию по изготовлению стандартных образцов можно получить в спектральной лаборатории ЦНИГРИ (Москва М-430, Варшавское, 58).

xx) Быстрое охлаждение необходимо для предотвращения ликвации.

золота и 20% серебра, служит основой для приготовления стандартных образцов.

14. Стандартные образцы (сплавы). В кварцевой ампуле сплавляют как описано выше 98,800г основы и по 0,300 г мышьяка, теллура, сурьмы и свинца. Получают 100 г сплава, содержащего по 0,3% примесей. Для устранения потерь легколетучих компонентов и получения однородных по составу сплавов необходимо соблюдать следующие условия:

а) пользоваться ампулой, размер которой соответствует количеству сплавляемого материала (шихты);

б) быстро расплавлять шихту и энергично перемешивать расплав круговыми движениями (перемешивания только токами высокой частоты недостаточно);

в) смывать жидким расплавом налеты, образующиеся в верхней части ампулы;

г) быстро охлаждать полученные сплавы для предотвращения возможных ликвационных процессов.

Последующие стандартные образцы готовят разбавлением по схеме:

66г сплава (0,3%) + 33г основы = 99 г сплава (0,2%)
50г сплава (0,2%) + 50г основы = 100г сплава (0,1%)
25г сплава (0,1%) + 10г основы = 25г сплава (0,06%)
7,5г сплава(0,1%) + 17,5г основы = 25 г сплава (0,03%)
5г сплава (0,1%) + 20г основы = 25г сплава (0,02%)
4г сплава (0,1%) + 36г основы = 40г сплава (0,01%)
15г сплава (0,01%)+10 г основы = 25г сплава (0,006%)
7,5г сплава(0,01%)+17,5г основы =25г сплава (0,003%)
5 г сплава (0,01%) +20г основы = 25г сплава (0,002%)
2,5г сплава (0,01%)+ 22,5г основы =25 г сплава(0,001%)
1,5г сплава (0,01%)+23,5 г основы =25г сплава (0,0006%)

ПРИМЕЧАНИЕ: Небольшое количество сплава (25-40г) при извлечении ампулы из индуктора остывает настолько быстро, что не удается перемешать сплав. Поэтому при сплавлении таких количеств ампулу помещают в графитовую трубку диаметром 50 мм, вместе с которой ее нагревают.

Извлеченные слитки обрабатывают соляной кислотой 1:1, промывают водой, взвешивают, прокатывают на ручных валках до получения ленты толщиной 0,05-0,1 мм и снова обрабатывают соляной кислотой.

Взаимную согласованность изготовленных сплавов проверяют построением градуировочного графика(см.ниже).Если стандартные образцы (сплавы) приготовлены правильно, то градуировочные графики прямолинейны, и разброс точек не превышает показанного на рис.2 и 3.

Аппаратура и принадлежности

1. Спектрограф ИСП-28 (ИСП-30).
2. Ослабитель трехступенчатый кварцевый.
3. Генератор ДГ-2.
4. Штатив дуговой вертикальный с осветителем и с электроблокировкой (например, из комплекта "АС").
5. Реостат регулировочный, рассчитанный на силу тока до 20 ампер (с плавной регулировкой).
6. Микрофотометр МФ-2.
7. Весы торзионные ВТ-20 или аналитические АДВ-200.
8. Станок и фрезы для заточки электродов.
9. Ступка Абиха или полированные стальные наковальня и молоток.
10. Секундомер.
11. Бинокулярная лупа типа МБС-1 или МБС-2.
12. Стаканы фторопластовые емкостью 10 мл.
13. Стаканы из термостойкого стекла емкостью 10-30 мл.

Ход анализа

1. Подготовка золотин к анализу

Природные золотины часто встречаются в сростках с кварцем, сульфидами и другими минералами, а также часто бывают покрыты пленками гидроокисей железа. Поэтому поступающие на анализ золотины просматривают под бинокулярной лупой, чтобы установить характер загрязнений.

Для очистки от кварца и силикатных минералов золотину помещают во фторопластовый стакан, приливают 5 мл концентрированной фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха на песчаной бане[x]. Обработку фтористоводородной кислотой повторяют до полного удаления кварца.

Затем для удаления гидроокисей железа золотину кипятят в том же стакане[xx] с соляной кислотой I:I под часовым стеклом[9]. Обработку соляной кислотой повторяют до тех пор, пока кислота не перестанет окрашиваться ионами железа. Затем золотину промывают дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу.

Крупные золотины расплющивают в ступке Абиха и снова обрабатывают соляной кислотой.

Для освобождения от сульфидов золотину кипятят с азотной кислотой I:3 в стакане под часовым стеклом при постоянном наблюдении, так как золото, особенно низкопробное, растворяется в азотной кислоте. Как только поверхность золотины очистится, ее промывают дистиллированной водой и сушат.

П. Определение пробы золота на пробирном камне[7]

Для определения пробы золотин на пробирном камне необходимо иметь комплект пробирных игл (ключей), изготовленных из сплавов золота с серебром и имеющих пробы золота 500, 550, 600, 650, 700, 750, 800, 850, 900, 950. На подготовленную поверхность пробирного камня наносят испытуемой золотиной равномерную плотную черту длиной 3-5 мм и шириной 0,5-1,0 мм. Если золотины мелкие, черту наносят с помощью деревянной палочки. Рядом с этой чертой наносят такие же черты несколькими пробирными иглами, близкими по цвету к золотине. Если цветовые оттенки черты золотины и черты одной из пробирных игл совпадают, то золотине приписывают пробу этой иглы. Если цветовой оттенок черты золотины является средним между цветовыми оттенками черт двух соседних пробирных игл, то пробой золотины считают среднее арифметическое из проб этих игл.

---

x) Фторопластовую посуду нельзя нагревать выше 250°С.

xx) Если обработка фтористоводородной кислотой не нужна, то для обработки соляной кислотой можно пользоваться стеклянным стаканом.

Ш. Определение содержания свинца, мышьяка, сурьмы и теллура

Навеску золотины 5 ± 0,2мг[x] помещают в кратер цилиндрического угольного электрода (рис.1), имеющего следующие размеры:

диаметр электрода – 8 мм;
диаметр высверленного канала – 2 мм;
глубина канала – 2 мм;
длина обточенной части – 10 мм.

Этот электрод используют в качестве нижнего электрода дуги. Верхний угольный электрод заточен на конус (форма и размеры указаны на рис.1).

Электроды устанавливают в штатив, при помощи световой проекции выводят на оптическую ось и смыкают друг с другом. Включают генератор ДГ-2 и для быстрой стабилизации разряда сомкнутые электроды прогревают в течение 15 сек. при силе тока 18 а. Кроме того, прогревание электродов предотвращает выбрасывание золотин из кратера электрода при образовании электрического разряда. После прогревания электроды постепенно, в течение 2-3 сек., разводят на расстояние 2 мм, которое поддерживают постоянным в течение всей экспозиции (40 сек), считая от момента разведения электродов; сила тока при этом составляет 14 а.

Анализируемые и стандартные образцы экспонируют один раз. Экспонировать следует особенно тщательно, так как чаще всего проверить результаты съемки невозможно. Если позволяет вес золотины, то для повышения точности анализа определение выполняют дважды (фотографируют на разных пластинках) и за результат анализа принимают среднее из двух определений.

Спектрограммы получают при следующих условиях:

1. Спектрограф ИСП-28.

2. Освещение щели – однолинзовая осветительная система с резким изображением электродов на щели прибора. Конденсор (F = 75 мм, диаметр 25 мм) помещают на расстоянии 380 мм от щели прибора и 100 мм от источника света (электрической

---

x) Чтобы взять точную навеску, кусочки золота стрижают стальными ножницами.

дуги). Чтобы контролировать положение электродов, на оправу насадочной линзы надевают экран с горизонтальным прямоугольным вырезом высотой 5 мм. Увеличенное изображение концов электродов должно находиться вблизи верхнего и нижнего краев выреза.

3. Ширина щели – 0,007-0,012 мм[x]. Перед щелью помещают трехступенчатый кварцевый ослабитель.

4. Фотографируемый участок спектра – 230-300 нм.

5. Фотопластинки "спектрографические, тип П" чувствительностью 14-15 единиц, размером 9 х 12 см. На одной пластинке умещается 28 спектров, снятых через трехступенчатый ослабитель.

6. Проявитель стандартный № 1.

7. Обработка фотопластинок обычная.

После обработки фотопластинки фотометрируют аналитические линии, указанные в табл.4, и фон возле них.

Таблица 4

Аналитические линии[I] и интервалы определяемых содержаний

Аналитическая линия, нм	Приблизительный интервал определяемых содержаний, %	Пропускание ступени ослабителя, %
As I 234,984	0,002- 0,3	100
Te I 238,576	0,003- 0,3	50
Sb I 259,805 Sb I 259,809	0,002- 0,03	50
Sb I 259,805 Sb I 259,809	0,006-0,3	10
Pb I 283,307	0,002-0,06	10
Pb I 239,379	0,03- 0,3	100
Au I 237,628	Линия сравнения	10

x) Заранее подбирают такую ширину щели, чтобы почернение линии сравнения (золота Au I 237,628 нм) равнялось 1,2-1,6 для 10%-ной ступени ослабителя.

При содержании мышьяка меньше 0,006% его определению по линии 234,984 нм мешает ^{3} компонента молекулярного спектра SiO, образующегося за счет кремния, обычно содержащегося в спектральных углях различных марок. Чтобы найти поправку на перекрытие линии мышьяка полосой SiO, экспонируют на каждой фотопластинке два-три спектра углей в тех же условиях, в которых выполняют анализ. Фотометрируют полосу SiO и используют усредненную величину ее почернения в качестве "фона" при вычислении интенсивности линии мышьяка во всех спектрах на данной фотопластинке. Поправку находят для каждой фотопластинки.

На линию теллура Te I 238,576 нм накладывается слабая линия хрома Cr I 238,574 нм при содержании его более 0,1%. Практически такие содержания хрома в природном золоте не встречаются.

На линию свинца Pb I 283, 307 нм накладывается очень слабая линия золота[x] (длина волны 283,30 нм), не позволяющая определять свинец при его содержании менее 0,002%.

На линию сурьмы Sb I 259, 806 нм накладывается слабая линия железа (проявляется при содержании его 0,1%), не позволяющая определять сурьму при ее содержании 0,002-0,005%.

Других линий, перекрывающих аналитические, не обнаружено.

Для перехода от почернений к логарифмам интенсивности спектральных линий строят характеристическую кривую фотопластинки. Для этого в штатив устанавливают два железных стержня диаметром 6 мм со свежезаточенными торцами, убирают с рельса конденсор и экспонируют спектр через девятиступенчатый ослабитель в течение 40 сек. при силе тока 3-5 а и ширине щели 0,020 мм. По нескольким спектрам, полученным не менее чем на двух-трех пластинках, строят две постоянные характеристические кривые для области 230-240 и 260-275 нм, которыми пользуются для всей партии фотопластинок, имеющих один номер фотоэмульсии и хранящихся в одинаковых условиях. Периодически проверяют положение характеристической кривой, фотографируя спектр железа несколько раз на одной фотопластинке.

---

x) В таблицах А.Н. Зайделя и др[1] эта линия не указана.

По характеристической кривой фотопластинки, переходя от почернения линий к логарифмам их интенсивностей и учитывая фон (при этом рекомендуется пользоваться специальными расчетными приспособлениями), находят логарифмы интенсивности линий $\lg J_л$ и фона $\lg J_ф$. При этом $J_л = J_{л+ф} - J_ф$.

Для определения содержания мышьяка находят величину $\lg \frac{J_л}{J_ф}$; для определения содержания свинца, сурьмы и теллура - величину $\lg \frac{J_л}{J_{Au}}$.

При анализе по методу " <u>постоянного графика</u>" предварительно строят постоянные градуировочные графики. Для этого на фотопластинке экспонируют спектры всех двенадцати стандартных сплавов (по одному спектру каждого сплава). Кроме того, экспонируют пять-шесть спектров углей и два-три спектра основы, на которой изготовлены стандартные сплавы. Получают десять таких фотопластинок, для каждой из которых находят величины $\lg J_л$ и $\lg J_ф$. По усредненным данным строят градуировочные графики для определения мышьяка в координатах $\left[\lg \frac{J_л}{J_ф}; \lg C\right]$ и для определения теллура, сурьмы и свинца в координатах $\left[\lg \frac{J_л}{J_{Au}}; \lg C'\right]$, где C - истинное содержание определяемых элементов в стандартных образцах, C' - "приведенное" содержание (отношение содержания определяемых элементов в стандартных образцах к содержанию в них золота). Очевидно, что $C' = \frac{C}{П} \cdot 1000$, где $П$ - проба анализируемого образца.

На градуировочные графики наносят также точки, соответствующие отдельным (не усредненным) значениям $\lg \frac{J_л}{J_ф}$ и $\lg \frac{J_л}{J_{Au}}$ для каждой из десяти фотопластинок.

На каждой фотопластинке со спектрами анализируемых образцов экспонируют спектры одного- трех стандартных сплавов и двух-трех углей. Если точки, соответствующие сплавам, попадают на постоянный график (в пределах разброса точек, соответствующих десяти отдельным съемкам), то содержание примесей в золоте находят по этому графику.

Так как на градуировочном графике для определения мышьяка по оси абсцисс отложено его содержание в стандартных сплавах, то содержание его в пробах находят непосредственно по этому графику.

Содержания свинца, сурьмы и теллура, найденные по градуировочным графикам, являются "приведенными", а истинное содержание находят пересчетом по формуле

$$C = \frac{C' \cdot n}{1000}\ \% .$$

Если точки, соответствующие спектрам одного-трех стандартных образцов (сплавов), полученных для контроля, не ложатся на градуировочный график, результаты анализа следует забраковать. Если повторить анализ невозможно, то градуировочный график соответствующим образом смещают и находят по нему содержание определяемых элементов. В этом случае анализ менее достоверен.

При анализе по методу постоянного графика все операции, связанные с получением спектра и фотометрированием линий, следует выполнять особо тщательно и в строго постоянных условиях. Если условия анализа изменились (например, используется новая партия фотопластинок), то постоянные графики следует построить заново.

При анализе по методу трех эталонов постоянный график не строят, а на каждой фотопластинке экспонируют спектры всех двенадцати стандартных сплавов (по одному спектру для каждого сплава) и два-три спектра углей. Для каждой фотопластинки строят свой градуировочный график. В остальном ход анализа не отличается от описанного выше.

Метод постоянного графика, хотя и требует большой предварительной работы для его построения, имеет то преимущество, что позволяет на каждой фотопластинке фотографировать до 17 спектров анализируемых образцов, в то время как по методу трех эталонов можно фотографировать на одной пластинке не более шести спектров. Поэтому метод трех эталонов следует применять только тогда, когда образцы поступают на анализ нерегулярно и небольшими партиями.

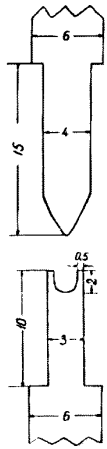

Рис.I.
Угольные электроды
(размеры даны в мм).

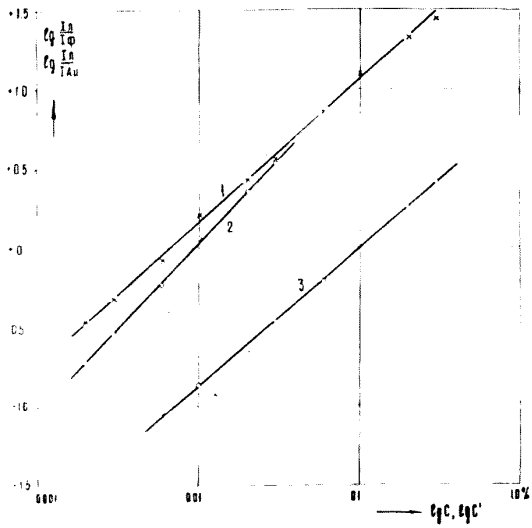

Рис. 2.Градуировочные графики для определения мышьяка(I) и сурьмы (2,3).

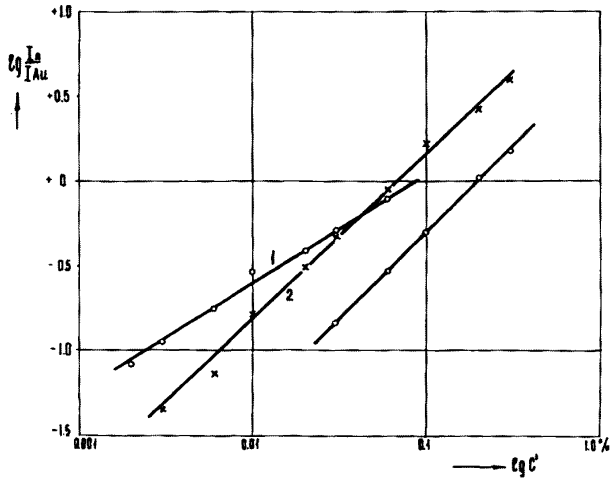

Рис.3. Градуировочные графики для определения теллура (2) и свинца по линии Pb I 283,307 нм (I) и по линии Pb I 259, 379 нм (3).

Литература

1. Зайдель А.Н., Прокофьев В.К., Райский С.М., Славный В.А., Шрейдер Е.Я. Таблицы спектральных линий. "Наука", М., 1969.

2. Инструкция по внутрилабораторному контролю точности (воспроизводимости) результатов количественных анализов рядовых проб полезных ископаемых, выполняемых в лабораториях Министерства геологии СССР, 1966.

3. Калинин С.К., Файн Э.Е. Эмиссионный спектральный анализ минерального сырья. "Недра", М., 1969.

4. Кореннова Н.Г. Микроспектральный метод определения пробности мелких золотин. Труды ЦНИГРИ, вып. 86, ч. 2, 1969г.

5. Ланцев И.П., Денисова Л.К., Фалькова О.Б. Количественное спектральное определение мышьяка, теллура, сурьмы и свинца в природном золоте. Труды ЦНИГРИ, вып. 97, 1971 г.

6. Лившиц Д.М., Фишкова Н.Л. Определение пробы природных золотин методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии. Труды ЦНИГРИ, вып. 86, ч. 2, 1969 г.

7. Пробоотбирание и анализ благородных металлов (справочное руководство для лабораторий). "Металлургия", М., 1968.

8. Прокофьев В.К. Фотографические методы количественного спектрального анализа металлов и сплавов. Часть 2. Гостехиздат, М.-Л., 1951.

9. Ферьянчич Ф.А. Микрохимический анализ самородного золота. Труды ЦНИГРИ, вып. 77, 1967 г.

Сдано в печать 16.III.71г. Подписано к печати 29.VI.71г.
Л-44023 Заказ № 17 Тираж 600

Ротапринт ОЭП ВИМСа

К Л А С С И Ф И К А Ц И Я

лабораторных методов анализа минерального сырья по их назначению и достигаемой точности

Категория анализа	Наименование анализа	Назначение анализа	Точность по сравнению с допусками внутрилабораторного контроля	Коэффициент к допускам
I.	Особо точный анализ	Арбитражный анализ, анализ эталонов	Средняя ошибка в 3 раза меньше допусков	0,33
II.	Полный анализ	Полные анализы горных пород и минералов.	Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в пределах 99,5-100,5%	
III.	Анализ рядовых проб	Массовый анализ геологических проб при разведочных работах и подсчете запасов, а также при контрольных анализах.	Ошибки анализа должны укладываться в допуски	I
IУ.	Анализ технологических продуктов	Текущий контроль технологических процессов	Ошибки анализа могут укладываться в расширенные допуски по особой договоренности с заказчиком.	I-2
У.	Особо точный анализ геохимических проб	Определение редких и рассеянных элементов и "элементов-спутников" при близких к кларковым содержаниях.	Ошибка определения не должна превышать половины допуска; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют , - по договоренности с заказчиком.	0,5
УI.	Анализ рядовых геохимических проб	Анализ проб при геохимических и других исследованиях с повышенной чувствительностью и высокой производительностью.	Ошибка определения должна укладываться в удвоенный допуск; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком.	2
УП.	Полуколичественный анализ	Качественная характеристика минерального сырья с ориентировочным указанием содержания элементов, применяемая при металлометрической съемке и др. поисковых геологических работах	При определении содержания элемента допускаются отклонения на 0,5-I порядок.	
УШ.	Качественный анализ	Качественное определение присутствия элемента в минеральном сырье.	Точность определения не нормируется	

gost.e-ecolog.ru