

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (В И М С)



**Научный совет по аналитическим
методам**

Спектральные методы

Инструкция № 168-С

ЭЛЕМЕНТЫ-ПРИМЕСИ

Москва
1979

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 ИСАМ "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 ВНИМСе

Спектральные методы
Инструкция № 168-С

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

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВНИМС)

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 29.12.78 г. Научным советом по аналитическим методам /протокол № 31 от 1.11.78/ и утверждена ВНИИСОМ с введением в действие с 1 октября 1979 г.

СПЕКТРАЛЬНОЕ ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТОВ-ПРИМЕСЕЙ В СИЛИКАТНЫХ ИЗВЕРЖЕННЫХ ГОРНЫХ ПОРОДАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ КВАНТОМЕТРА^{х/}

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.

х/ Внесена в ЕСАМ спектральной лабораторией ИМПРЭ.

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/Å/.

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 содер- жаний, %	
	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 /
Гафний	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 контролю³. 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 расхождения³ между основными и повторными определениями / $D_{доп}$ /: расхождения, полученные авторами инструкции / $D_{эксп}$ / к запас точности $Z/D_{доп}/D_{эксп}$ для всех определяемых элементов. Для скандия допустимых расхождений не имеется, и в таблице дано только $D_{эксп}$.

Реактивы и материалы

1. Карбонат калия, ч.д.а.
2. Карбонат натрия безводный, ч.д.а.
3. Двуокись кремния, ос.ч.-Г2-4.

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-1" диаметром 6 мм.

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

II. Буферная смесь. Для приготовления 200 г буферной смеси тщательно смешивают в ступке 1,0 г окиси меди^{х/} и 20,0 г карбоната натрия, добавляют 60,0 г двуокиси кремния, тщательно перемешивают, добавляют 119 г угольного порошка и снова тщательно перемешивают. Все реактивы должны быть истерты до -200 меш. Полученная смесь содержит 0,5% окиси меди, 10% карбоната натрия, 30% двуокиси кремния и 60% угольного порошка.

12. Основа для приготовления эталонных образцов. Для приготовления приблизительно 100 г основы смешивают в ступке 2,0 г окиси кальция, 1,0 г окиси магния и по 5,0 г карбонатов натрия и калия. Затем добавляют 15,0 г окиси алюминия и 72,0 г двуокиси кремния и снова перемешивают. Смесь прокалывают в муфельной печи при 1200°C в течение двух часов и после остывания истирают до -200 меш. Полученная смесь содержит приблизительно 74,5% SiO_2 , 15,5% Al_2O_3 , 2,1% CaO , 1,0% MgO , 3,1% Na_2O и 3,5% K_2O .

13. Эталонные образцы.

Образец А. Тщательно истирают с добавлением спирта 0,706 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 10% каждого эталонируемого элемента.

Образец Б. Тщательно истирают с добавлением спирта 0,840 г карбоната стронция, 0,715 г карбоната бария и 3,445 г основы.

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

Допустимые расхождения между повторными определениями / $\Delta_{\text{доп}}$ /; расхождения по данным авто-

инструкции / $\Delta_{\text{эксп}}$ / и запас точности Z / $Z = \Delta_{\text{доп}} / \Delta_{\text{эксп}}$ /.

Содержание, %	Co			Ni			Cr ₂ O ₃			V ₂ O ₅			TiO ₂			Mn			Fe ₂ O ₃			Ga			ZnO			BaO			Cu			BeO			Sr			Sc ₂ O ₃		
	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ	Д _{доп}	Д _{эксп}	Σ			
10-19,99																			6,0	15	0,4																					
5- 9,99																			12	21	0,6																					
2- 4,99																			20	33	0,6																					
1-1,99													20	33	0,6				28	48	0,6																					
0,5-0,99													26	37	0,7																											
0,2-0,499							20	41	0,5				32	44	0,7	22	31	0,7																								
0,1-0,199							24	41	0,6	45	35	1,3	40	49	0,8	30	31	1,0								60	40	1,5														
0,05-0,099				47	22	2,1	28	41	0,7	50	35	1,4	50	55	0,9	48	31	1,5				64	23	2,8	76	40	1,9															
0,02-0,049	41	32	1,3	55	27	2,0	32	43	0,7	60	35	1,7	60	65	0,9	58	31	1,9				80	23	3,5	80	40	2,0	70	32	2,2	44	34	1,3									
0,01-0,019	56	32	1,8	65	32	2,0	40	44	0,9	70	35	2,0				68	31	2,2																								
0,005-0,0099	83	32	2,6	70	37	1,9	50	48	1,1	83	35	2,4																														
0,002-0,0049	83	32	2,6	83	46	1,8	60	48	1,2	83	35	2,4																														
0,001-0,0019	83	32	2,6	83	57	1,5	77	57	1,4																																	
0,0005-0,00099																																										

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 ГМ, - зальт ЕМ, глинистый сланец ТВ /СОС стран СЭВ, альбитовый -

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 ППБД-3М /или ППБД-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 транспортер⁴; 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

Определенные элементы и условия анализа

Определенные элементы	Аналитическая линия, нм	Ширина выходной щели, мм	Интервал практ. опред. по графику содержания	Металлические элементы		
				Длина волны, нм	Содерж. в пробе, %	Нижний предел определяемых содержания, %
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	
				Cs 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
				Cs I 478,30	1,0	
Барий	Ba I 455,40	0,10	0,002-0,1	Cs 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	Ni 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	3,0	0,003
				Fe I 317,49		
Галлий	Ga I 294,36	0,05	0,0005-0,1	VI 234,3	1,0	0,001
				VI 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	Длина сравнения	отсутствуют		

x/ Ширина входной щели составляет 0,050 мм.

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

5. Активизатор дуги переменного тока ПС-39 или другого типа.

6. Эксцентриковая шаровая вибромельница для дополнительного истирания порошковых проб², 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 торсионные ВТ-200 или ВТ-500

10. Шкаф сушильный с терморегулятором.

II. Тигли фарфоровые низкие № 1.

Ход анализа

I. 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 ШБМ-3М; поочередно меняя специально подобранные лампы ВСБ-2, корректируют положение каретки по одной какой-либо щели на каждой каретке. Например, устанавливая три лам-

пы ВСБ-2, излучающие спектры железа, никеля и галлия, корректируют положение кареток по линиям Fe 492,0 нм /I каретка/, № 341,4 нм /II каретка/ Ga 294,3 нм /III каретка/ и Fe 234,8 нм² /IV 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 прогрева 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°C.

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:

х/ Эта линия выведена специально для корректирования желтой IV каретки, и железо по ней не определяют.

$$n = B \lg \frac{I_{\text{ан}}}{I_{\text{ср}}},$$

где $I_{\text{ан}}$ и $I_{\text{ср}}$ - интенсивности спектральных линий определяемого элемента и элемента сравнения /медь/.

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 ершика.

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 2-4 дня работы на протяжении 15-30 дней/, усредняют^{х/}. 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 содержанием 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 содержаниями элемента в эталонном образце.

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

Типичные градуировочные графики приведены на рис. I и 2.

^{х/} 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.

№ VІ 437,92

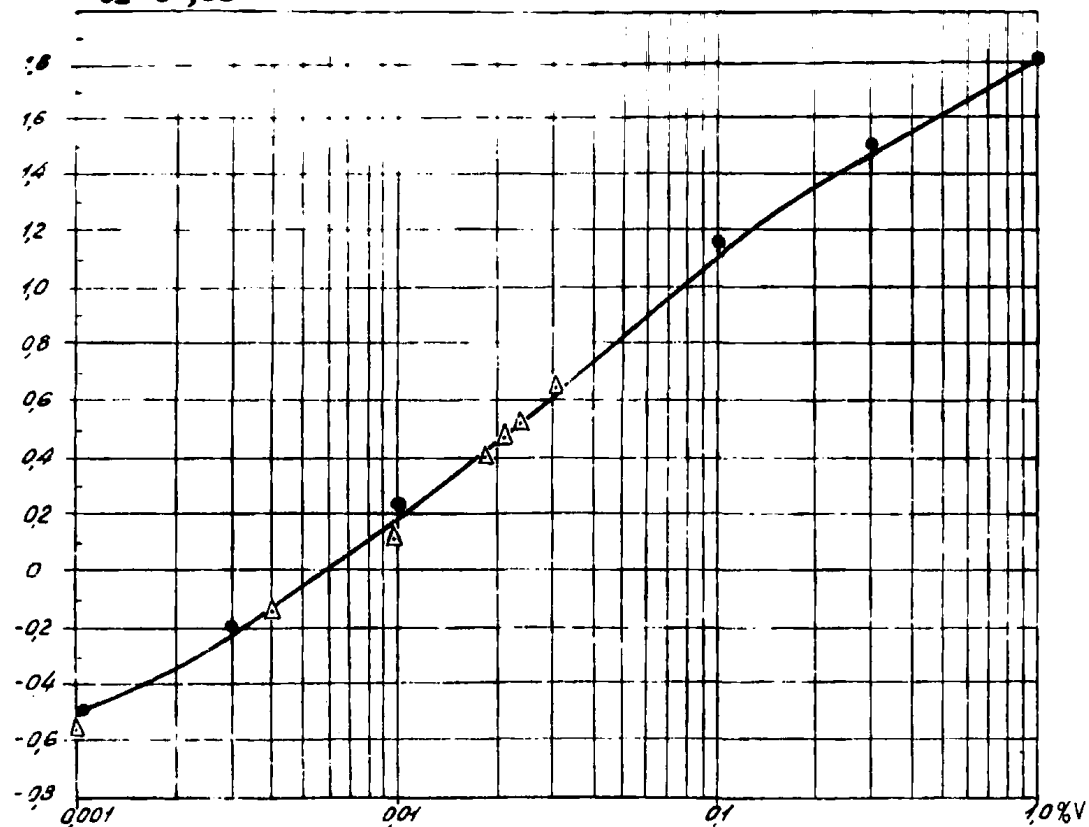
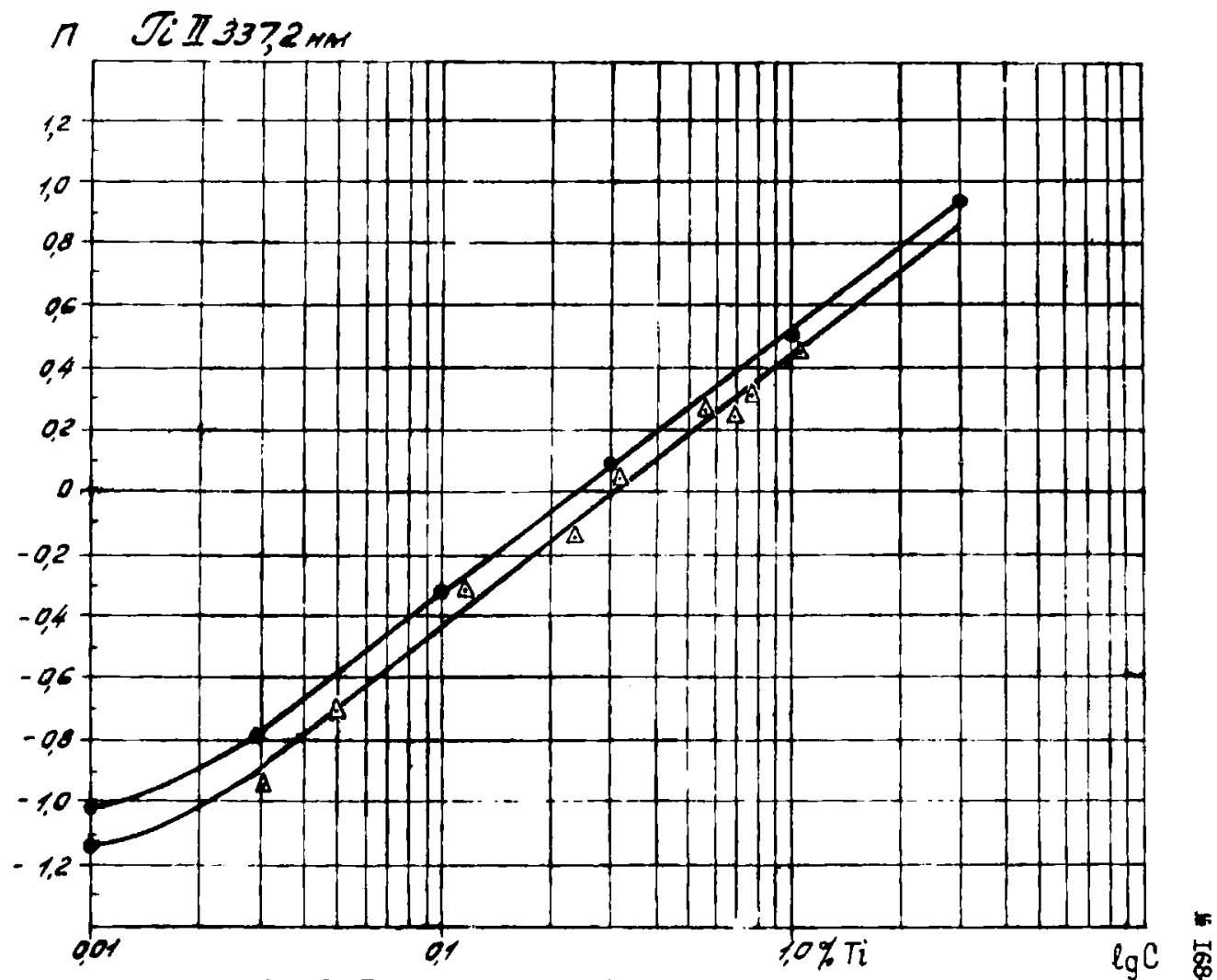


Рис.1. Градуировочный график для определения ванадия.
 • — эталоны на графитной основе; Δ — стандартные образцы.

lg C

5 168-С



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 ЭМ 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 инструкцией¹.

Литература

1. Инструкция по технике безопасности при лабораторных работах, М., ВИСМС, 1976.
2. Лончих С.В., Недлер В.В., Райхбаум Я.Д., Хохлов В.В. Спектральный анализ при поисках рудных месторождений. Л., "Недра", 1969, с.78-80.
3. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ.М., ВИСМС, 1975.
4. Русанов А.К., Хитров В.Г. Спектральный анализ руд с введением порошков ввоздух в дуговой разряд. Зав.лаб., 23, №2, 1957, 175-184.
5. Сердобова Л.И. Квантометрический спектральный анализ пород и минералов с вдуванием порошковых руд в дугу в сб. "Прикладная геохимия и минералогия" М., ИМПГЭ, 1977, с. 66-73.
6. Сердобова Л.И., Воронов В.С. Анализ пород на квантометре ДЭС-36 с обработкой результатов измерений на ЭМ ЕС-1020, Зав.лаб. 44, № 4, 1978, 429-431.

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 ППБЛ-3М/ или ППБЛ-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^{Х/}. Затем меняют лампу и таким же образом выводят другую щель и т.д.

При отсутствии спектральной лампы ВСБ-2 или прибора питания ППБЛ-3М щели выводят согласно инструкции к квантометру: зажимают дугу переменного тока между верхним /медный стержень/ и нижним подставным электродами. Нижним электродом служат чистые металлы или сплавы с достаточным содержанием определяемого элемента, на спектральную линию которого выводят щель. Если такой металл или сплав не удастся 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.

^{Х/} Щель квантометра в этом случае освещается с помощью расстрогового конденсора.

Изъятые из употребления инструкции	Замещающие их инструкции
№ 52-Х	№ 03-Х
№ 53-Х	
№ 92-Х	№ 113-Х
№ 90-Х	№ 115-Х
№ 9-ЯФ	№ 116-ЯФ
№ 13-Х	№ 119-Х
№ 107-С	№ 141-С
№ 8-С	№ 150-С
№ 95-ЯФ	№ 158-ЯФ
№ 69-Х	№ 163-Х

Заказ № 145. Д-79520. 15/Х1-79г. Объем 1,3 уч.-изд.л.
Тираж 650

Ротапринт ОЭП ВММСа

ВНИИГ
Научный советом по
аналитическим методам
1.12.1974г.

Начальник управления научно-
исследований: В.С.И.С.С.С.С.
Министерство СССР, Ученый комитет
25 декабря 1974г. В.И.ЛАВЕРОВ

К Л А С С И Ф И К А Ц И Я ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Категория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Критерий допустимого среднеквадратичного отклонения
I Особо точный анализ	I Особо точный анализ	Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения. Регламентируемая инструкция внутреннего лабораторного контроля (см. Приложение)	0,33
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	1
	II Полный анализ	Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 1,50\%$	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 1,50\%$	
		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	1
	III Анализ рядовых проб	Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 0,80\%$	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 0,80\%$	
		Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	1
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	1-2
II Полуквали- тативный анализ	У Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
	II Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
	III Полуквали- тативный анализ		Воспроизводи- мость определе- ний 4-10 цифр (интервалов) на один поря- док содержащий с достоверностью вероятностью 68%
III Качествен- ный анализ	III Качествен- ный анализ		Точность опре- деления не нормируется

х) См. Методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", М. ВНИИГ, 1975 г.