

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



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 НСАМ "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ".

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

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Спектральные методы
Инструкция № 168-С

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

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

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

/ Протокол № 31 от 1.П.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 Мин-
тво СССР № 496 от 29.Х.76 г.
Научным советом по аналитичес-
ким методам /протокол № 31 от
1.П.78/ и утверждена ВИМСом с
введением в действие с 1 ок-
тября 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.Большако-
вой^{5,6}, заключается в испарении анализируемой пробы в
электрической дуге переменного тока, в которую пробу вводят
способом воздушного дутья, и в измерении интенсивности спек-
тральных линий фотозелектрическим методом с использованием
квантометра.

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

Карбонат натрия стабилизирует температуру электричес-
кой дуги: при этом уменьшается влияние состава анализируе-
мых проб на результаты анализа. Графитовый порошок препят-
ствует слипанию частиц и повышает температуру дуги, что спо-
собствует более полному испарению пробы. Двуокись кремния
вводят в состав буферной смеси, чтобы в достаточной степе-
ни нивелировать анализируемые пробы по содержанию кремния.
Буферная смесь такого состава способствует высокой интен-
сивности аналитических линий.

х/ Внесена в НСАМ спектральной лабораторией ИМГРЭ.

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

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

Для получения спектра и фотометрирования линий используют квантometer ДФС-36 /дифракционная решетка 1800 штр/мм, обратная линейная дисперсия 0,27 нм/мм/.^{X/}

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

Аналитические графики, построенные по стандартным образцам горных пород и по искусственным эталонным образцам, имитирующими 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 внутреннему использованию квантometer ДФС-10М /дифракционная решетка 1200 штр/мм, обратная линейная дисперсия 0,42 нм/мм/, но при этом определяется только группа сидерофильтных элементов: Co, Ni, Ti, Mn, Fe, Cr.

Таблица I

Интервалы определяемых содержаний^{X/}

Элемент	Интервалы определяемых содержаний, %	
	в расчете на элемент	в расчете на окислы
Кобальт	0,001 - 0,03	-
Никель	0,001 - 0,1	-
Хром	0,001 - 0,3	0,0015 - 0,5 /Cr ₂ O ₃ /
Ванадий	0,001 - 0,1	0,002 - 0,2 /V ₂ O 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 ₂ O ₃ /
Галий	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	-
Скандиний	0,0005 - 0,03	0,007 - 0,05 /Sc ₂ O ₃ /

лабораторному контролю³. Случайная погрешность определения железа, а также хрома при содержаниях более 0,2% и титана при содержаниях более 0,5% укладывается в удвоенные допустимые расхождения.

В табл. 2 даны допустимые расхождения³ между основными и повторными определениями /Д_{доп}/, расхождения, полученные авторами инструкции /Д_{эксп}/ к запас точности Z/Д_{доп}/Д_{эксп}/ для всех определяемых элементов. Для скандия допустимых расхождений не имеется, и в таблице дано только Д_{эксп}.

Реактивы и материалы

- I. Карбонат калия, ч.д.а.
2. Карбонат натрия безводный, ч.д.а.
3. Двуокись кремния, ос.ч.-I2-4.

^{X/} Повторяемость 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. Оксиды 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, реагентикат.
9. Угли спектральные марки "С-І" диаметром 6 мм.
10. Графит высокой чистоты /порошок/, ос.ч.-7-4.
11. 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 мкм. 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 прокаливают в муфельной печи при 1200°C в течение двух часов и после остывания истирают до -200 мкм. Полученная смесь содержит приблизительно 74,5% SiO₂, 15,5% Al₂O₃, 2,1% CaO, 1,0% MgO, 3,1% Na₂O и 3,5% K₂O.
13. Этalonные образцы.

Образец А. Тщательно истирают с добавлением спирта 0,705 г Ni₂O₃, 0,500 г Co, 0,730 г Cr₂O₃, 0,890 г V₂O₅, 0,790 г MnS, 0,835 г TiO₂ 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.

№ 16

Допустимые расхождения между повторными определениями / $\Delta_{\text{доп}}$ /, расхождения по данным автор-инструкций / $\Delta_{\text{авксп}}$ / и запас точности Z / $Z = \Delta_{\text{доп}}/\Delta_{\text{авксп}}$ /.

№ I68-С

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

Образец В. Тщательно втирают с добавлением спирта 0,134 г Ca_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 втирают 1,00 г образца А, 1,00 г образца Б и 8,00 г основы. Получают 10,0 г эталонного образца, содержащего по 1% кобальта, никеля, хрома, ванадия, титана, марганца, стронция и бария.

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

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

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

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

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

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

Аппаратура и оборудование

1. Фотоалектрическая 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 спектрометра 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 ПШЫ-3М /или ПШЫ-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 проб с помощью искрового разряда /питается от активизатора дуги ИС-39/; в/ на нижнюю часть подающей трубки устанавливают кварцевый нако-

Таблица 3

Определляемые элементы и условия анализа

Опреде- ляемые элемен- ты	Аналити- ческая ли- ния, нм	Ширина выходи- щего из целик- ра	Интер- вал прак- тического измерения спектра	Линия в пробе	Межлинейные элементы		
					Содерх. линий в пробе	Нижний предел оп- ределемых содержан., %	
	1	2	3	4	5	6	7
Железо	Fe I 492,05	0,15	0,3-25,0		отсутствует		
Строи- ций	Sz I 481,19	0,15	0,002-0,1	Fe /Фон/	25,0		
				Ni I 481,19	I,0		
				Ti I 481,10	3,0		
				Cz I 481,06	I,0		
Марганец	Mn I 478,34	0,15	0,01-0,3	Ti I 478,33	3,0		
				Fe I 478,63	6,0	0,06	
				Cz I 478,30	I,0		
Барий	Ba I 455,40	0,10	0,002-0,1	Cz I 455,39	I,0		
				Ti I 455,54	3,0		
Ванадий	V I 437,92	0,10	0,0003-0,1	отсутствует			
Хром	Cz I 434,45	0,10	0,01-I,0	Ti I 434,42	I0,0		
	Cz I 425,43	0,10	0,001-0,01	отсутствует			
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	I2,0	0,001	
				Cz 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	I2,0	0,001	
Скандин	Sc I 327,36	0,05	0,0005-0,1	Ti I 327,2	I,0	0,003	
Олово	Sn I 317,50	0,05	0,0003-0,1	Fe I 317,54			
				Fe I 317,49	3,0	0,003	
Галлий	Ga I 294,36	0,05	0,0005-0,1	VI 234,3	I,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	I0,0	0,003	
Медь	Cu I 282,44	0,10	Линия сравниения	отсутствует			

*) Ширина входной щели составляет 0,050 мм.

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

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

6. Эксцентриковая каровая вибромельница для дополнительного истирания порошковых проб², в которой навеска 0,3-0,5 г истирается до крупицы 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 № I.

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

ны 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 нм^{X/} / 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 прогревания установки испаряют 7-10 навесок буферной смеси и получают на квантотметре 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 крупицы - 200 мкм, 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 высипают на ленту транспортера, распределяют равномерно по всей ее длине и включают кнопку "пуск" квантотметра. В автоматическом режиме идут "обжиг", "экспозиция" и "опрос каналов". При опросе каналов с табло цифрового вольтметра последовательно для каждого определяемого элемента снимают показания n , пропорциональные логарифму относительной интенсивности :

^{X/} Эта линия выведена специально для корректирования шелей I/У каретки, и железо по ней не определяют.

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

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

B - константа.

Значения n записывают или они автоматически печатаются на перфоленту.

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

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 квантметра /подряд либо 2-4 дня работы за промежуток 15-30 дней/, усредняют^{x/}. По этим данным строят для каждого элемента градуировочный график в координатах $[n; \lg C]$, где C - содержание элемента в эталонных образцах.

Так как результаты определения, найденные по графику, построенному по искусственным эталонным образцам, недостаточно достоверны для титана, бериллия и бария, на ту же координатную сетку нарисуют 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, построенным по стандартным образцам, соответствуют содержания, по которым построен первый график, и эти содержания условно принимают за содержания элемента в эталонных образцах. В дальнейшем градуировочные графики строят по этим условным содержаниям элемента в эталонном образце.

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

Типичные градуировочные графики приведены на рис. I и 2.

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

~~VI 437,92 mm~~

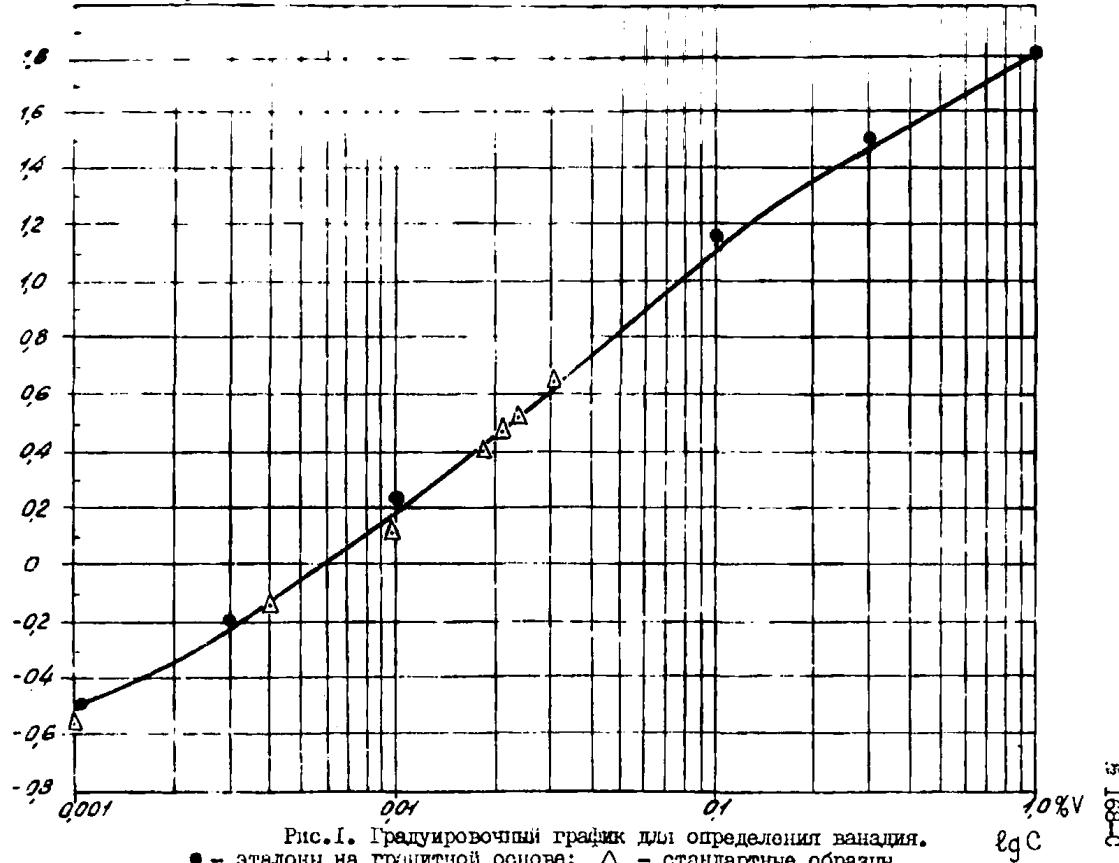


Рис. I. Градуировочный график для определения ванадия.
● - эталоны на гранитной основе; Δ - стандартные образцы.

14

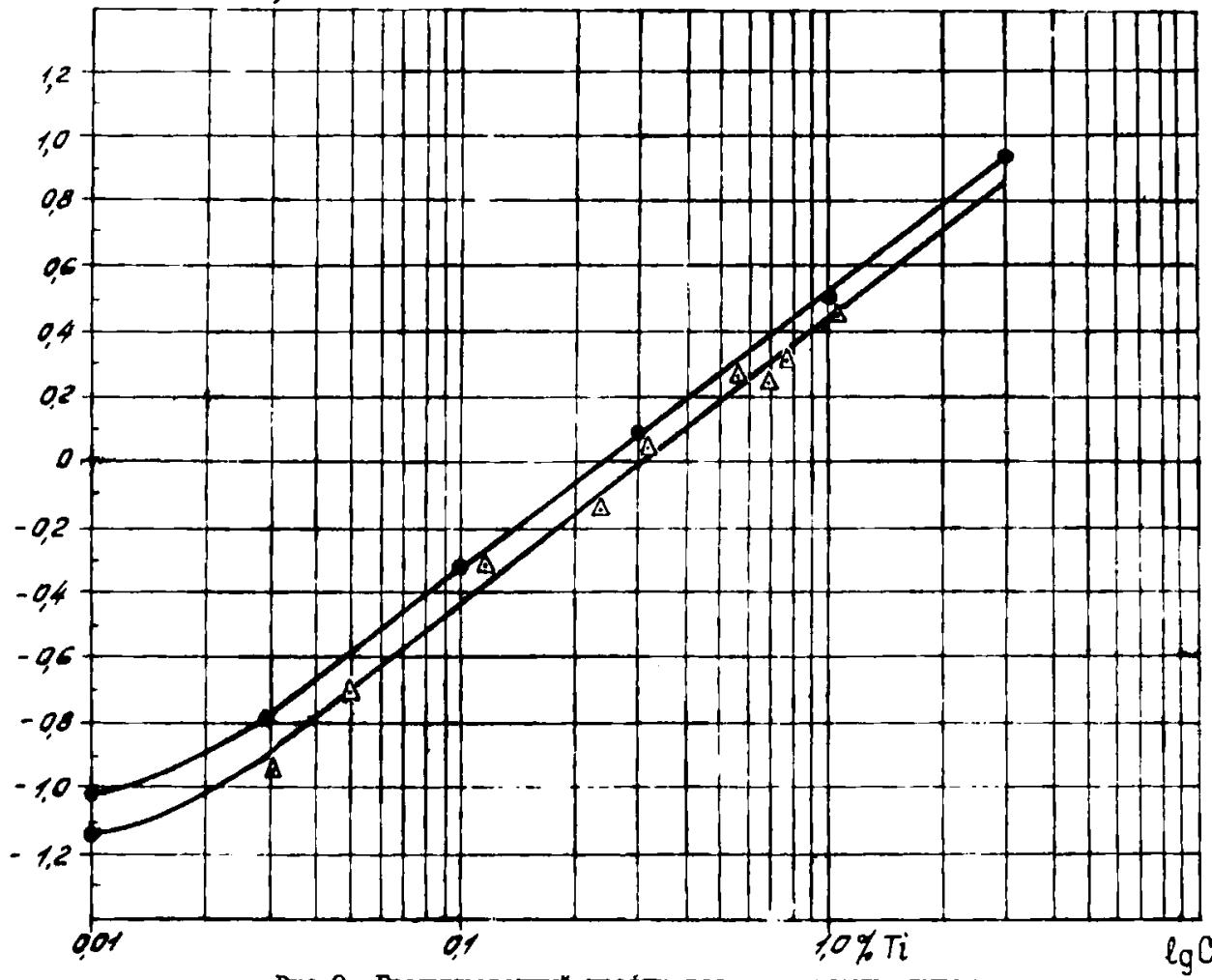
 $\pi \text{ II } 337,2 \text{ нм}$ 

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

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

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

Техника безопасности

При работе с высоким напряжением, электрической дугой, а также с порошковыми пробами необходимо строго соблюдать меры безопасности, предусмотренные специальной инструкцией¹.

Литература

1. Инструкция по технике безопасности при лабораторных работах, М., ВИЭМС, 1976.

2. Лондик С.В., Недлер В.В., Райхбаум Я.Д., Ходлов 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., ВИЭМС, 1975.

4. Русанов А.К., Иллзов В.Г. Спектральный анализ руд с введением порошков воздухом в дуговой разряд. Зав.лаб., 23, №2, 1957, 175-184.

5. Сердобова Л.И. Квантometрический спектральный анализ пород и минералов с вдуванием порошковых руд в дугу В сб. "Прикладная геохимия и минералогия" М., ИМГРЭ, 1977, с. 66-73.

6. Сердобова Л.И., Воронов В.С. Анализ пород на квантотметре ДФС-36 с обработкой результатов измерений на ЭВМ ЕС-1020, Зав.лаб. 44, № 4, 1978, 429-431.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Рекомендации по выведению выходных щелей квантметра на аналитические линии

Для выведения выходных щелей квантметра на аналитические линии рекомендуется применять высокочастотные спектральные безэлектродные лампы ВСБ-2, питаемые от прибора питания ПШБЛ-ЗМ/ или ПШБЛ-З/.

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

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

^{X/} щель квантметра в этом случае освещается с помощью растрового конденсора.

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

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

Ротапринт ОЭП ВИМСа

БИССИС
Научный совет по
аналитическим методам
1.12.1974г.

"ВИМС" Ак.
Начальник Управления научно-исследовательских организаций
Мингео ССР, чл. коллегии
25 декабря 1974 г. Г.Н.Лавров

КЛАССИФИКАЦИЯ
ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Категория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Норматив допустимые среднеквадратичные отклонения
I	Особо точный анализ	Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения. Регламентируемой инструкцией внутрьлабораторного контроля (см. Приложение)	0,5%
II	Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	1
специальный		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 1,5\%$	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 1,5\%$	
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения	0,3%
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения	1
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 0,8\%$	
специальный	III Анализ рядовых проб	Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	1
	IV Анализ технологических продуктов	Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особый договоренности с заказчиком)	1-2
V	Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
VI	Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
VII	Полуколичественный анализ	Воспроизводимость определение 4-10 пар (интервалов) на один порядок содержаний с логарифмической вероятностью 68%	
VIII	Качественный анализ	Точность определения не нормируется	

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