

СССР

6.11.22  
СНП-22

# ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

---

Управление качеством аналитической работы

Подготовка проб и организация выполнения  
количественного анализа в лабораториях Мингео СССР

Общие требования

СТ 41-08-249-85

Издание официальное

Утвержден и введен в действие приказом Министерства геологии СССР от 21 августа 1985 г. № 394.

**Организация-разработчик:**

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья (ВИМС)

Директор

Зам. директора

Зав. отделом унификации лабораторных методов, руководитель разработки

Исполнители:

Соисполнители:

Институт геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии АН СССР

Директор

Зам. директора

Исполнитель

Согласовано:

СКБ "Совзгеотехники"

Главный инженер

А.Н.Еремеев

Г.В.Остроумов

В.В.Аносов

Г.А.Волкова  
В.С.Воробьев

Ф.В.Чухров

В.И.Рехарский

В.Г.Хитров

В.Г.Кардыш

УДК 658.562.014:622

Группа Т 51

**ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ**

Управление качеством аналитической работы. Подготовка проб и организация выполнения количественного анализа в лабораториях Мингео СССР  
Общие требования

ОСТ 41-08-249-85

Введен впервые

Приказом Министерства геологии СССР

от 21 августа 1985 г. № 394

срок введения установлен с 1 января 1986 г.

Настоящий стандарт распространяется на подготовку проб и выполнение количественных анализов проб твердых негорючих полезных ископаемых и продуктов их обогащения.

Стандарт устанавливает общие требования, предъявляемые ко всему циклу работ, связанных с выполнением количественного анализа минерального сырья: прием лабораторных проб, подготовка их к анализу, организация выполнения анализа и контроля его качества, оформление результатов анализа.

Стандарт обязателен для центральных, экспедиционных и других производственных лабораторий, экспедиций, предприятий (далее условно называемых лабораториями) Министерства геологии СССР. Стандарт обязателен также для аналитических подразделений научно-исследовательских институтов, имеющих статус производственных подразделений или же выполняющих контрольные анализы и анализы для подсчета запасов полезных ископаемых.

В развитие настоящего стандарта, его отдельных разделов или приложений может быть разработан стандарт (стандарты) предприятия.

Применяемые в стандарте термины и их определение приведены в приложении I справочном.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

## I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

I.1. Прием проб на анализ и выдача его результатов должны выполняться специальной группой, общей для всех специализированных аналитических лабораторий, групп, участков (далее условно называемых специализированными лабораториями). Группа должна быть подчинена руководителю лаборатории или руководителю аналитического подразделения.

I.2. Планирование и координация выполнения анализа и контроля его качества должны осуществляться специальной группой, общей для всех специализированных лабораторий и подчиняющейся руководителю лаборатории или руководителю аналитического подразделения.

I.3. Вместо групп, указанных в пп. I.1, I.2, может быть создана одна группа (подразделение), выполняющая их функции.

I.4. Пробы должны подготавливаться к анализу (измельчаться, просеиваться, перемешиваться и сокращаться) специальным подразделением лаборатории, общим для всех специализированных лабораторий и подчиняющимся руководителю лаборатории или аналитического подразделения.

Примечание. Пробы небольшой массы, например мономинеральные фракции, можно измельчать в специализированной лаборатории.

I.5. Группы, указанные в пп. I.1-I.4, могут подготавливать пробы также для подразделений лаборатории, выполняющих минералогические и технологические исследования.

I.6. При транспортировании, подготовке и анализе радиоактивных проб необходимо строго соблюдать правила работы с радиоактивными веществами и учитывать нормы радиационной безопасности в соответствии с нормативно-техническими документами, приведенными в приложении 2 справочном.

I.7. При работе в лаборатории с мономинеральными пробами драгоценных камней и металлов следует руководствоваться инструкцией № 53 Министерства финансов СССР "О порядке получения, расходования, учета и хранения драгоценных металлов и драгоценных камней на предприятиях, в учреждениях и организациях" (1978 г.) и "Инструкцией по учету, хранению и материаль-

ной ответственности за сохранность золота, извлекаемого при проведении геологоразведочных работ" (Министерство геологии СССР, 1966 г.).

I.8. Подготовка проб к определению ртути, подготовка к анализу проб слоды, природных солей, а также хранение таких проб имеют свои особенности, важнейшие из которых приведены в приложениях 3 и 4 рекомендуемых.

I.9. За правильное применение настоящего стандарта несет ответственность руководитель лаборатории или ее аналитического подразделения.

## 2. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ ЗАКАЗА НА АНАЛИЗ В ЛАБОРАТОРИЮ

2.1. Для выполнения анализа следует представить пробы, их перечень (опись) и заказ на анализ.

2.2. Пробы должны отвечать следующим требованиям:

2.2.1. Пробы должны быть представлены в виде кускового материала крупностью не более 70 мм или в виде порошкового материала.

2.2.2. Масса каждой пробы должна быть представительной в соответствии с п.3.2 и достаточной для основного анализа, для контрольных анализов всех видов и для отбора дубликата аналитической пробы.

Если в лаборатории представляется кусковой материал, то его масса, обеспечивающая представительность, всегда достаточна для выполнения анализов. Если в лаборатории представляется материал крупностью 0,071 мм, то количество пробы должно быть не менее указанного в приложении 5 рекомендуемом.

2.2.3. Каждая поступившая проба в зависимости от ее крупности и массы должна быть помещена в мешок, в полиэтиленовую банку, в пакет из кальки или плотной бумаги.

2.2.4. На каждой упаковке должен быть указан номер пробы, номер заказа и год отбора пробы.

2.2.5. Поступающие пробы должны быть сгруппированы по видам сырья, расположены в порядке возрастания номеров и помещены в тару, масса которой вместе с пробами не должна составлять более 20 кг.

2.3. Заказ на анализ должен быть составлен по определенной форме и отвечать следующим требованиям:

2.3.1. На бланке заказа на анализ должны быть указаны: организация, представившая пробы на анализ, ее адрес и телефон;

Ф.И.О. заказчика;

формула для расчета минимальной представительной массы пробы в зависимости от диаметра наибольших частиц (формула сокращения пробы); при этом все коэффициенты должны быть указаны в цифровом выражении;

номер заказа;

число анализируемых проб.

В нижней части бланка заказа должен быть отрывной талон для уведомления заказчика о поступлении проб.

Бланк заказа на анализ дан в приложении 6 рекомендуемом.

2.3.2. К бланку заказа должен быть приложен перечень проб в трех экземплярах с указанием массы и крупности, с характеристикой состава каждой пробы и перечислением определяемых компонентов для каждой пробы. Бланк для такого перечня дан в приложении 7 рекомендуемом. В перечне указывается требуемая форма выражения результатов анализа.

Примечание. Состав проб можно не указывать, если одновременно заказан полный полуколичественный анализ этих проб.

2.3.4. В перечне пробы должны быть сгруппированы по видам сырья и расположены в порядке возрастания номеров.

2.3.5. Номер пробы должен быть простым, то есть состоять из одних только цифр без буквенных индексов, без тире, дробной черты, точек, запятых и т.п.

2.3.6. Если в лабораторию поступает проба в виде кускового материала, к заказу должны быть приложены указания по обработке пробы.

2.3.7. В таре вместе с пробами должны быть копии заказа на анализ и перечня проб, а первые экземпляры этих документов пересылают отдельно письмом или бандеролью.

### 3. ПРИЕМ ЗАКАЗА НА АНАЛИЗ В ЛАБОРАТОРИИ

3.1. Группа, которая занимается приемом проб, должна проверить:

состояние проб и их упаковки;

правильность оформления полученной документации в соответствии с п.2.3;

соответствие числа проб и их нумерации, указанных в заказе, числу поступивших в лабораторию проб и их нумерации;

соответствие фактической крупности проб и указанной в перечне (проверяется выборочно);

соответствие фактической массы проб и указанной в перечне (проверяется выборочно);

представительность массы проб (проверяется выборочно по п. 3.2.).

3.2. Минимальную представительную массу ( $Q$ , кг) находят по формуле сокращения, приведенной в заказе на анализ.

Если в заказе формула сокращения не указана, следует рассчитывать  $Q$  по простейшей из них:

$$Q = Kd^2, \quad (3.1)$$

где  $d$  - диаметр наибольших частиц пробы, мм;

$K$  - коэффициент, характеризующий неравномерность распределения компонентов в пробе.

Величины  $Q$  для ряда значений  $K$  и  $d$  даны в приложении 8 справочном.

3.3. Поступивший заказ может быть принят к исполнению или отложен. О принятом решении заказчик должен быть уведомлен в течение 10 дней после поступления заказа и проб.

3.3.1. Если анализ принят к исполнению, следует выслать заказчику отрывной талон, указав в нем лабораторный номер заказа и ориентировочный срок выполнения анализов.

3.3.2. Выполнение анализа может быть отложено в следующих случаях:

в заказе на анализ отсутствуют какие-либо сведения из перечисленных в разделе 2;

число проб или их нумерация, указанные в заказе, не со-

ответствуют числу проб, поступивших в лабораторию, или их нумерации ;

упаковка проб нарушилась и материал проб перемешался.

В этом случае следует выслать заказчику отрывной талон бланка заказа, указав в нем нарушения по разделу 2. Если в течение трех месяцев от заказчика не поступит ответа, то руководитель лаборатории отправляет заказчику пробы за его счет.

3.4. Принятый заказ следует зарегистрировать в специальном журнале, в который в дальнейшем следует заносить все сведения, относящиеся к выполнению анализа. Форма такого журнала и пример его заполнения даны в приложении 9 рекомендуемом.

3.5. До передачи проб на измельчение или анализ их следует хранить в помещении, защищенном от атмосферных осадков, желателен в отопляемом.

#### 4. ПЛАНИРОВАНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Планировать анализ должна группа, которая занимается планированием, координацией и контролем качества анализа (п.1.2) в контакте с руководителями специализированных лабораторий.

4.2. При планировании анализа каждой партии однотипных проб следует установить методики для основного и контрольного анализа, объем контрольной выборки в соответствии с ОСТ 41-08-214-82 и срок выполнения заказа. Следует также установить степень измельчения проб.

Планировать анализ по срокам следует в соответствии с планами, утвержденными вышестоящей организацией.

4.3. При выборе методики анализа для основного определения следует учитывать предполагаемое содержание определяемого элемента в пробах, состав анализируемых проб, требуемую точность определения и возможности методик, освоенных в лаборатории, их производительность, стоимость анализа, а также количество анализируемого материала.

4.4. Контроль воспроизводимости следует выполнять по той же методике, что и основное определение, но можно использовать принципиально другую методику той же или более высокой категории точности.

4.5. Если сведений, содержащихся в заказе, недостаточно для выбора методики анализа, пробы следует проанализировать полуколичественным спектральным методом за счет заказчика.

4.6. Необходимость дополнительного измельчения проб устанавливает, сопоставляя крупность поступивших проб с крупностью, указанной в методике анализа. Если в методике крупность не указана, ее принимают менее 0,071 мм.

Если из-за неправильной характеристики проб, указанной заказчиком, выбранная методика не соответствует составу проб, то все дополнительные расходы, связанные с анализом таких проб, руководитель лаборатории имеет право взыскать с заказчика.

#### 5. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ К АНАЛИЗУ ✓

5.1. Общие положения.

5.1.1. Подготовку пробы к анализу, включающую измельчение, просеивание, перемешивание и сокращение, следует выполнять с помощью специальных механических устройств. Технические характеристики некоторых устройств даны в приложении 10 справочном.

5.1.2. Для уменьшения загрязнений рудные пробы необходимо подготавливать к анализу отдельными, однотипными по виду руды, партиями.

Геохимические пробы необходимо обрабатывать на отдельных специально для этого выделенных установках и в отдельном помещении.

5.1.3. Скорость отсоса воздуха в зоне подготовки проб к анализу должна быть такой, чтобы мелкие фракции легких минералов не уносились потоком воздуха.

5.2. Операции при подготовке пробы к анализу.

5.2.1. Измельчение проб.

Измельчать пробу следует с помощью имеющегося оборудования для механического измельчения.

При измельчении проб мягкие минералы (графит, молибденит, минералы глины и др.) не должны налипать на стенки и другие рабочие части оборудования (это происходит при слишком длительном измельчении), что может привести к искажению результатов анализа.

При контроле истирания, а также при измельчении небольших проб (мономинеральные фракции, шихтовые пробы и т.п.) можно также истереть пробу вручную в агатовой или яшмовой ступке порциями по 0,2-0,4 г, добавляя спирт.

Рабочие части дробильно-измельчительного оборудования должны быть изготовлены из износостойчивых материалов, чтобы загрязнения были минимальными. Следует также учитывать назначение анализа и его особенности. Например, если недопустимо загрязнение железом, хромом, никелем, ванадием, молибденом, марганцем или титаном, следует использовать оборудование с рабочими частями не из стали (углеродистой или высоколегированной), а из карбида бора, корунда или фарфора.

Внутреннюю часть устройства для измельчения проб перед применением следует тщательно очистить от остатков предыдущей пробы. Перед измельчением пробы, сильно отличающейся по составу от предыдущей, через устройство необходимо 1-3 раза пропустить материал этой или сходной по составу пробы и отбросить его. Особое значение имеет очистка оборудования при использовании комплексных механических устройств.

#### 5.2.2. Перемешивание проб.

Выбирать механическое устройство для перемешивания следует в зависимости от массы пробы и размера ее частиц. Перед перемешиванием внутренняя часть устройства должна быть тщательно очищена.

При необходимости перемешивать пробу вручную следует использовать метод "кольца и конуса" или метод перекачивания, руководствуясь приложением II обязательным.

#### 5.2.3. Сокращение проб.

Если проба поступила в количестве значительно большем,

чем требуется для анализа, ее можно сократить для уменьшения загрузки оборудования, упрощения измельчения и перемешивания.

Масса сокращенной пробы должна быть представительной. Сокращать можно пробы только крупностью не более 2-3 мм.

Чтобы выяснить возможность сокращения пробы при данной ее крупности, следует найти коэффициент сокращения по формуле:

$$N = \frac{Q_{\text{нач.}}}{Q} \quad (5.1)$$

где  $Q_{\text{нач.}}$  - масса пробы, поступившей в лабораторию (лабораторной пробы), кг;

$Q$  - минимальная представительная масса пробы, кг.

Если  $N \geq 2$ , то сокращение пробы возможно; если  $N \leq 1$ , то проба может быть сокращена только после ее дополнительного измельчения.

Перед каждым сокращением пробу необходимо тщательно перемешать, как указано в п. 5.2.2.

Пробы следует сокращать с помощью механических сократителей или делителей проб.

При необходимости сокращения проб вручную следует использовать квадратование, квартование или сокращение с помощью желобчатого делителя. Эти способы изложены в приложении I2 обязательным.

#### 5.2.4. Просеивание проб.

Просеивать пробы следует через сито из проволоочной сетки по ГОСТ 3584-73. Номера сеток и размеры ячеек даны в приложении I3 справочном.

При контроле крупности, чтобы ускорить просеивание материала через сито с сеткой 0,071 мм или мельче, следует водить по сити мягкой кистью. Если просеивают пробы, не содержащие растворимых в воде минералов (включая гипс или ангидрит), можно, кроме того, добавлять воду.

#### 5.3. Приготовление аналитической пробы.

5.3.1. Необходимость измельчения, просеивания, перемешивания и сокращения пробы и последовательность этих опера-

ций следует установить, сопоставляя фактическую и требуемую для анализа крупность частиц пробы и учитывая массу пробы, поступившей в лабораторию.

Схему подготовки проб к анализу (последовательность операций) устанавливает лицо, ответственное за подготовку проб. Типовые схемы подготовки для наиболее часто встречающихся случаев рекомендуется утвердить в качестве стандарта предприятия.

5.3.2. Если в лабораторию поступила порошковая проба, крупность которой соответствует крупности, требуемой для анализа, ее достаточно тщательно перемешать в соответствии с п.5.2.2 и разделить в соответствии с п.5.2.3 на аналитическую пробу и ее дубликат.

5.3.3. Если в лабораторию поступила проба крупностью 0,1-1,0 мм, ее, если требуется, следует измельчить в соответствии с п.5.2.1. Тонко измельченную пробу следует просеять через сито с сеткой № 0071 (сторона ячейки 0,071 мм), частицы, оставшиеся в сите, истереть в том же истирателе, просеять, присоединить к основной части пробы и тщательно перемешать в соответствии с п.5.2.2.

Можно также заранее подобрать такую продолжительность измельчения, чтобы весь материал пробы проходил через сито с сеткой № 0071. При этом степень измельчения партии проб следует выборочно контролировать, просеивая в соответствии с п.5.2.4 не менее одной десятой части, которую отбрасывают.

Измельченную пробу делят на две части (аналитическую пробу и ее дубликат) в соответствии с п.5.3.2.

Если масса поступившей пробы больше, чем требуется для анализа, то до измельчения ее можно сократить в соответствии с п.5.2.3.

5.3.4. Если в лабораторию поступила кусковая проба крупностью до 70 мм, ее следует обработать по схеме заказчика, которая должна быть приложена к бланку заказа. Если такая схема не приложена, руководитель лаборатории может составить схему подготовки пробы к анализу самостоятельно.

Если поступившая проба является разведочной, то после

ее измельчения до крупности 0,5-1,0 мм по просьбе заказчика от нее следует отобрать дубликат разведочной пробы. Заказчик обязан забрать геологический дубликат в течение трех месяцев.

5.3.5. К анализу минералов, мономинеральных фракций и шлихов, масса которых составляет от нескольких граммов до нескольких миллиграммов, следует подходить индивидуально: методику анализа и подготовку проб согласовывать с заказчиком анализа, дубликат аналитической пробы не отквартовать и т.п.

5.3.6. Аналитическую пробу и ее дубликат следует поместить в банки из полиэтилена или в пакеты из прочной бумаги и хранить в сухом помещении, в котором не должно быть паров агрессивных веществ.

5.3.7. Из аналитической пробы следует брать навески для основного анализа и внутрилабораторных контрольных анализов, а также для полуквантитативного спектрального анализа.

5.3.8. Дубликат аналитической пробы следует использовать для внешнего лабораторного контроля и геологического контроля всех видов. При возникновении разногласий по результатам анализа для повторных анализов следует брать навески только из дубликата аналитической пробы, который является единственно достоверным материалом в таких случаях.

5.3.9. Если проба поступила в недостаточном количестве (например, минералы, мономинеральные фракции), вместо дубликата как исключение можно использовать остаток аналитической пробы.

5.3.10. Дубликат аналитической пробы, а при его отсутствии остаток аналитической пробы следует хранить до утверждения запасов разведываемого месторождения, но не менее трех лет.

## 6. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ПОДГОТОВКИ ПРОБЫ К АНАЛИЗУ

6.1. При подготовке пробы к анализу (то есть при приготовлении аналитической пробы из лабораторной) необходимо контролировать следующие показатели:

представительность аналитической пробы (достаточна ли

масса при данной крупности ее частиц);  
крупность частиц пробы;  
возможные потери отдельных летучих элементов пробы (ртути, воды, серы и др.) и изменение валентной формы отдельных элементов (железа, серы и др.) при измельчении;  
загрязнение пробы материалом обрабатывавшейся ранее пробы;  
загрязнение пробы материалом рабочих частей оборудования для измельчения.

6.2. Представительность аналитической пробы контролируют при поступлении пробы, а также при каждом ее сокращении.

6.3. Крупность частиц аналитической пробы следует контролировать, просеивая по п.5.2.4 не менее одной десятой части материала пробы через сито с соответствующей сеткой.

Крупность следует контролировать выборочно не менее чем для 3-5% проб и, кроме того, при каждом изменении технологии измельчения.

6.4. Возможные потери летучих элементов или изменение их валентной формы, которые происходят чаще всего при тонком измельчении проб, следует контролировать, периодически определяя эти элементы в пробах, измельченных другим способом или на другом оборудовании (контрольное измельчение). Для этого в группе координации и контроля часть проб поступившей на анализ партии делят пополам; одну половину измельчают в обычном устройстве, а другую - в устройстве, обеспечивающем меньшее распыление и меньшее местное разогревание или в обычном устройстве, но с добавлением спирта или воды. В пробах, измельченных двумя разными способами или на разном оборудовании, определяют один или несколько компонентов из числа тех, которые при подготовке пробы могут потеряться или изменить свою валентную форму. Определения должен выполнять один и тот же аналитик в одних и тех же условиях. Лучше всего использовать экспрессную методику, воспроизводимость которой соответствует методикам I-III категорий точности по ОСТ 41-08-212-82. Результаты анализа проб, измельченных двумя способами, оценивают так же, как при оперативном контроле воспроизводимости

по ОСТ 41-08-214-82, считая анализы повторными.

6.5. Загрязнение пробы материалом обрабатывавшейся ранее пробы следует контролировать способом, аналогичным описанному в п.6.4. Для контрольного измельчения следует использовать устройство, которое после каждого измельчения должно быть очищено мокрым способом. В пробах определяют один или несколько элементов из числа тех, которыми может быть загрязнена проба и которые существенны для анализа (определяемые или мешающие элементы).

6.6. Загрязнение пробы материалом рабочих частей оборудования контролируют способом, аналогичным описанному в п.6.4.

Для контрольного измельчения следует использовать устройство, рабочие части которого изготовлены из материала, не содержащего определяемых или мешающих элементов. В пробах, измельченных разными способами, определяют элементы, которые могут попасть в материал пробы при измельчении. В некоторых случаях можно использовать полуколичественный спектральный метод.

Загрязнение пробы можно также проконтролировать, измельчив в основном оборудовании и проанализировав пустую пробу, например кварцевый песок.

6.7. Три вида контроля по пп. 6.4-6.5 можно совместить, измельчая одну и ту же пробу с помощью такого оборудования и при таких условиях, при которых выполняются все требования, изложенные в пп. 6.4-6.6.

Число проконтролированных проб зависит от производственной мощности лаборатории и от разнообразия анализируемого минерального сырья. В течение года следует измельчать для контроля около 0,1% всех проб, но не менее 80-150 проб.

## 7. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗОВ И КОНТРОЛЬ ИХ КАЧЕСТВА

7.1. При выполнении количественных анализов для подсчета запасов основных и попутных компонентов или для определения содержания вредных компонентов в рудах, при внешнем контроле, при аттестации государственных или отраслевых стандартов



ных образцов состава следует руководствоваться только методиками, утвержденными в качестве государственного стандарта Союза СССР или аттестованными в качестве отраслевых в соответствии с ОСТ 41-08-205-81, то есть по инструкциям Научного совета по аналитическим методам (НСАМ) Министерства геологии СССР.

7.2. При выполнении количественных анализов во всех случаях, кроме указанных в п. 7.1, можно руководствоваться также методиками, аттестованными в соответствии с ОСТ 41-08-205-81 в качестве методики данного предприятия.

7.3. При выполнении анализа по аттестованной методике его результаты могут быть искажены ввиду несоответствия состава навески, взятой для анализа, и состава аналитической пробы. Поэтому следует строго соблюдать правила взятия навески: аналитическую пробу тщательно перемешивают шпателем, разравнивают в виде круга, делят на четыре части и из середины каждой берут материал для навески.

7.4. При контроле качества анализов следует контролировать воспроизводимость и правильность определений.

Контроль воспроизводимости и правильности определений следует организовать в группе координации и контроля качества анализов или в группе, выполняющей ее функции. В этой же группе следует обобщать результаты такого контроля.

Воспроизводимость определений следует контролировать по ОСТ 41-08-214-82. Правильность определений следует контролировать по нормативно-техническим документам, разработанным и утвержденным Мингео СССР для этой цели.

7.5. Внешний лабораторный контроль следует выполнять по соответствующим нормативно-техническим документам, утвержденным Мингео СССР.

## 8. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

8.1. Результаты анализа могут быть выданы (высланы) заказчику только после того, как проконтролированы воспроизводимость и правильность анализа партий проб.

8.2. Результаты анализа должны быть напечатаны на машинке или написаны четко от руки на бланке, представленном заказчиком вместе с пробами, на котором должно быть указано: номер заказа; порядковые номера проб; номера проб, указанные заказчиком; результат определения каждого элемента или компонента.

8.3. Число значащих цифр в результатах анализа зависит от точности определения, которая в свою очередь зависит от определяемых содержаний. Кроме того необходимо, чтобы в результатах содержалась одна избыточная значащая цифра. Поэтому рекомендуется:

для любых элементов или компонентов при содержании 0,1-100% результаты округлять до 0,01% (например, 0,18%, 24,86%);

для элементов или компонентов при содержании менее 0,1% в результатах указывать две значащие цифры (например, 0,073%);

для благородных металлов при содержании 10 г/т и более в результатах указывать три значащие цифры;

для благородных металлов при содержании менее 10 г/т в результатах указывать две значащие цифры.

8.4. На бланке должно быть указано, выражен результат анализа в расчете на навеску, высушенную при 105-110°C, или на воздушно-сухую.

8.5. Результат определения каждого элемента или компонента должен быть выражен в такой его форме (элемент, окисел, соль), в какой он указан в таблицах допустимых отклонений (приложение I к ОСТ 41-08-212-82) или, по просьбе заказчика, в другой форме.

8.6. Следует четко обозначить валентные формы определяемых элементов. Например, при определении в пробе общего содержания железа результат должен быть выражен в % Fe<sub>0</sub>общ. или в % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>общ.. При определении содержания двухвалентного железа результат следует выразить в % FeO, при определении трехвалентного железа - в % Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

8.7. Следует четко различать элементный (определение общего содержания элемента) и фазовый (определение содержания

отдельных минеральных форм) анализы. Например, при определении фтора следует различать общее содержание фтора (% F) и содержание фтора, связанного с кальцием (% CaF<sub>2</sub>); при определении кальция следует различать общее содержание кальция (% CaO) и содержание кальция, связанного с карбонат-ионом (% CaCO<sub>3</sub>) или фтором (% CaF<sub>2</sub>).

8.8. Содержание компонента меньше нижнего предела определения должно быть указано. Например: "< 0,0001%", "< 0,003%". Формулировки "Следы", "Не обнаружено", "0" и тому подобные недопустимы.

8.9. Для каждого определяемого компонента на бланке должны быть приведены сведения о методике анализа: название метода, номер государственного стандарта или инструкции НСАМ, категория анализа.

8.10. На бланках следует привести также результаты определений, выполненные для контроля качества.

8.11. Бланк с результатами анализа должен быть подписан руководителем специализированной лаборатории и исполнителем анализа.

8.12. Результаты анализа следует направить заказчику вместе с сопроводительным письмом, подписанным руководителем лаборатории.

8.13. Если перед выполнением количественных анализов все пробы или их часть анализировались полуколичественным спектральным методом, то его результаты следует также направить заказчику.

8.14. Если анализируемые пробы были представлены для выполнения внешнего лабораторного контроля качества результатов количественного анализа, то вместе с результатами анализа необходимо выслать заключение о результатах контроля.

8.15. Копии результатов анализа следует хранить до утверждения в ГКЗ запасов разведываемого месторождения и еще не менее 10 лет.

ПРИЛОЖЕНИЕ I  
Справочное

ТЕРМИНЫ И ИХ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Термин	Определение
Лабораторная проба	Геологический материал, поступивший в лабораторию на анализ или исследование
Аналитическая проба	Специально подготовленный материал (чаще порошок), из которого берут навески для выполнения основных и некоторых контрольных определений
Руд. проба аналитической пробы	Материал того же состава, что аналитическая проба, который используют только для контрольных определений
Измельчение пробы	Механическое воздействие на материал пробы для уменьшения размера ее частиц
Грубое измельчение пробы	Измельчение, после которого большая или значительная часть пробы состоит из частиц размером 1-2 мм и более
Тонкое измельчение пробы (истирание, размалывание и др.)	Измельчение, после которого проба полностью состоит из частиц размером менее 1-2 мм

ПРИЛОЖЕНИЕ 2  
Справочное

✓ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ  
ПРИ РАБОТЕ С РАДИОАКТИВНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

1. Нормы радиационной безопасности (НРБ-76) и основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений (ОСП-72/80). М.: Энергоиздат, 1981.
2. Основные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений при поисках и разведке полезных ископаемых. М.: ВНИИГП, 1977.
3. Правила безопасности при транспортировании радиоактивных веществ (ПБТРВ-73). М.: Атомиздат, 1974.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3  
Рекомендуемое

ОСОБЕННОСТИ ПОДГОТОВКИ НЕКОТОРЫХ ПРОБ ✓

- I. Особенности подготовки проб к определению ртути.
  - I.1. В бланке заказа должна быть указана дата отбора пробы и дата ее измельчения (если проба поступила измельченной).
  - I.2. При истирании проб необходимо не допускать их перегревания.
  - I.3. Поступившие в лабораторию пробы необходимо анализировать как можно быстрее: к анализу проб с малыми содержаниями ртути (менее  $5 \cdot 10^{-3}\%$ ) следует приступать немедленно, к анализу прочих проб - в течение месяца.
  - I.4. Дубликаты аналитических проб следует хранить в прохладном помещении (в теплое время года - в помещении подвального типа). Пробы с малыми содержаниями ртути следует хранить отдельно от проб с более высокими содержаниями. Дубликаты наиболее ответственных проб (например, групповых или средних) необходимо хранить в заваренных полиэтиленовых мешочках.
2. Подготовка слюды к анализу.
 

Слюду следует расщепить на тонкие листочки, которые не должны содержать включений других минералов, разрезать ножницами на кусочки размером не более 2-3 мм и истереть (механически или вручную) в агатовой ступке до крупности менее 0,071 мм.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4  
Рекомендуемое

ОСОБЕННОСТИ ПОДГОТОВКИ К АНАЛИЗУ ПРОБ  
ПРИРОДНЫХ СОЛЕЙ И ИХ ХРАНЕНИЯ

1. Пробы природных солей во избежание их увлажнения или потери части кристаллизационной воды не следует измельчать тоньше, чем это требуется для выполнения анализа.
2. Такие пробы должны поступать на анализ в плотно закрытых банках или в заваренных полиэтиленовых мешочках.
3. Если при хранении или перевозке пробы отсырели, их следует высушить до воздушно-сухого состояния.

ПРИЛОЖЕНИЕ 5  
Рекомендуемое

МИНИМАЛЬНАЯ МАССА ПОРОШКОВОЙ ЛАБОРАТОРНОЙ ПРОБЫ,  
НЕОБХОДИМАЯ ДЛЯ АНАЛИЗА (ПО ОДНОЙ МЕТОДИКЕ)

М е т о д а н а л и з а	Масса лабораторной пробы, г
Количественный спектральный	5,0-10
Химические, физикохимические и комбинированные, рентгеноспектральный флуоресцентный	15-20
Полный (химический или рентгеноспектральный)	50-70
Нейтронно-активационный (реакторный)	5-10
Рентгено-радиометрический	10-30
Радиометрический	50-1000
Пробирный и комбинированные	500-1000
Гамма-активационный (определение золота)	1000
Полуколичественный спектральный (полный или частичный)	1,0-5,0

ПРИЛОЖЕНИЕ 6  
Рекомендуемое

БЛАНК ЗАКАЗА НА АНАЛИЗ

Формула сокращения проб В Центральную лабораторию  
 Стадия геологической работы От экспедиции (партии)  
 Дата представления отчета " " 19\_\_ г.  
 Заказ № \_\_\_\_\_

ЗАКАЗ НА АНАЛИЗ

Число проб \_\_\_\_\_ Лабораторный  
 Категория анализа \_\_\_\_\_ № \_\_\_\_\_  
 Метод анализа (желательный):

Перечень проб и определяемых компонентов прилагается.

Главный геолог экспедиции (партии) Заказ принят " " 19\_\_ г.  
 \_\_\_\_\_ (подпись) Ориентир. срок выполнения

Заказчик \_\_\_\_\_ Заказ № \_\_\_\_\_  
 (Ф.И.О.) Начальник группы приема,

Адрес и телефон организации и за- контроль и выдачи анали-  
 казчика \_\_\_\_\_ зов \_\_\_\_\_

-----  
(линия отреза)

Главному геологу экспедиции  
 (партии)  
 тов. \_\_\_\_\_

Ваш заказ № \_\_\_\_\_ от " " 19\_\_ г. принят (не принят)

Его лабораторный номер \_\_\_\_\_

Метод анализа \_\_\_\_\_

Ориентировочный срок выполнения \_\_\_\_\_

Прошу представить следующие дополнительные данные \_\_\_\_\_

Дата \_\_\_\_\_ Начальник Центральной  
 лаборатории  
 \_\_\_\_\_ (подпись)

ПРИЛОЖЕНИЕ 7  
Рекомендуемое

БЛАНК ПЕРЕЧНЯ ПРОБ И РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

К заказу № \_\_\_\_\_  
 Лабораторный № \_\_\_\_\_

Перечень проб, их характеристика и определяемые компоненты

Результаты анализа  
 Содержание выражено в % (взвешенно-сухую навеску, на навеску,  
 высушенную при 105-110°С (нужное подчеркнуть))

№ проб по заказу	Масса пробы измельченной	Характерис- тика пробы	Определяемые компоненты и их содержание	Приме- ние за- каза	Определяемые компоненты, %	Примечание аналитика (метод анализа)
1.						
2.						
3.						
4.						
5.						
6.						
7.						
8.						
9.						
10.						
11.						
12.						
13.						
14.						
15.						
16.						
17.						
18.						
19.						
20.						

Заказчик: \_\_\_\_\_

Начальник лаборатории: \_\_\_\_\_

Исполнитель анализа: \_\_\_\_\_

Заказ выдан: \_\_\_\_\_

Дата: \_\_\_\_\_

ПРИЛОЖЕНИЕ 8  
Справочное

МИНИМАЛЬНАЯ ПРЕДСТАВИТЕЛЬНАЯ МАССА ПРОБЫ "Q"  
В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ВЕЛИЧИНЫ "K" ДЛЯ ПРОБ РАЗЛИЧНОЙ  
КРУПНОСТИ\*

K	Величина Q, кг, для различных значений d (d - диаметр наибольших частиц пробы)				
	10 мм	1,0 мм	0,5 мм	0,10 мм	0,071 мм
0,05	5	0,050	0,0125	0,0005	0,00025
0,10	10	0,10	0,025	0,001	0,00050
0,2	20	0,20	0,05	0,002	0,0010
0,4	40	0,40	0,10	0,004	0,0020
0,8	80	0,80	0,20	0,008	0,0040
1,6	160	1,6	0,40	0,016	0,0081

\* Величина Q рассчитана по формуле  $Q = Ka^2$ .

ПРИЛОЖЕНИЕ 9  
Рекомендуемое

ЖУРНАЛ РЕГИСТРАЦИИ ПРОБ В ЛАБОРАТОРИИ И ПРИМЕР  
ЕГО ЗАПОЛНЕНИЯ

1.	Номер заказа лабораторный	I37 83
2.	Организация, заказчик, номер его заказа	НИМС, А.И.Кузнецов, заказ № 3
3.	Требуемый срок выполнения	01.06.83 г.
4.	Число проб	43
5.	Определяемые элементы	Co, Ni, V, Cr, Ti
6.	Метод анализа (желательный)	Спектральный
7.	Заказ принят	03.02.83 г.
8.	Срок выполнения	01.04.83 г.
9.	Пробы направлены в цех измельчения	10.02.83 г.
10.	Часть проб зашифрованы для контроля	16.02.83 г. (8 проб, журнал контроля № 2)
11.	Пробы направлены на анализ	17.02.83 г. (51 проба - в спектральную лабораторию)
12.	Основной анализ выполнен	03.03.83 г.
13.	Контрольный анализ выполнен	14.03.83 г.
14.	Результаты анализа приняты (забракованы)	Приняты 16.03.83 г.
15.	Результаты отправлены заказчику	21.03.83 г.
16.	Место хранения дубликата проб	Стеллаж № 4
17.	Примечание*	5 проб направлены на внешний контроль 17.05.83 г.

\* При нарушении срока анализа указываются причины; отмечается направление проб на внешний контроль и т.п.

ТЕХНИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ЛАБОРАТОРНОГО ОБОРУДОВАНИЯ  
ПРИЛОЖЕНИЕ 10  
Справочное  
Таблица 1

ТЕХНИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ЛАБОРАТОРНОГО ОБОРУДОВАНИЯ  
ДЛЯ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБ

Наименование	Крупность материала на наибольшей, мм исходная конечная	Масса загрузаемой пробы на-большая, г	Производительность, кг/ч	Материал истирающего элемента	Потребляемая мощность, кВт	Масса устройства, кг	Завод-изготовитель
Агрегат для обработки геологических проб АП	70-80	0,071	5000	30-70 Карборунд в проб в смену	8	1100	Феодосийский механический завод ВПО "Совгеотехника"
Дробилка геологическая шаровая ДШ 100х60	50	1,0	-	80 Сталь в проб в смену	1,1	150	Фрунзенский опытно-экспериментальный завод горнорабочих нов. техники У.И. Киря
Молотилка шаровая 40 МШ	4-6	0,071	-	4,5 Сталь	0,6	160	Московский завод стройматериалов
Измельчитель вибраторный ИВ-2	2	0,071	50 (в каждой из 12 стаканов)	4,8 Сталь	-	200	Комплексная экспедиция ВММСа

Продолжение табл.1

Наименование	Крупность материала на наибольшей, мм исходная конечная	Масса загрузаемой пробы на-большая, г	Производительность, кг/ч	Материал истирающего элемента	Потребляемая мощность, кВт	Масса устройства, кг	Завод-изготовитель
Измельчитель вибраторный ИВ-1	3	0,071	50 (в каждой из 4-х стаканов)	-	-	129	Завод-изготовитель
Истиратель дисковый ИД-60	2*	0,05	300	I Минералокерамика ЦМ-332**	-	20	Комплексная экспедиция ВММСа
Истиратель дисковый агрегатированный ИДА-175	3	0,071	Непрерывного действия	40 Сталь	-	89	-
Центробежный истиратель ЦИ-05	6-8	0,071	500	75 в проб в смену Минералокерамика ЦМ-332**	-	80	Феодосийский механический завод ВПО "Совгеотехника"
Истиратель механический "Микрон"	0,5	0,04	1,0	То же	-	3	Комплексная экспедиция ВММСа
Ступка механическая СМ-1	1,5	0,071	30	Агат	-	18	Завод "Сухумприбор"

\* При 2-3-ступенчатой обработке исходная крупность до 4 мм.

\*\* Твердость 9,0 по шкале Мооса.

\*\*\* Снабжен сменными ступками и пестиками.

Примечание: Промышленностью выпускаются также дробилка шаровая ДШ 80х150 и дробилка валковая ДВБ 200х125.

## МЕТОДЫ ПЕРЕМЕШИВАНИЯ ПРОБ ВРУЧНУЮ ✓

## 1. Метод "кольца и конуса".

Порошковую пробу высыпают на стол и придают ей форму правильного конуса. Пластину, длина которой вдвое больше диаметра основания конуса, погружают серединой края в порошок и, вращая ее вокруг оси конуса, постепенно погружают до поверхности стола. При этом порошок принимает форму кольца, внутренний диаметр которого равен длине пластины. С помощью совка или шпателя порошок переносят в центр кольца, чтобы снова получился конус, при этом берут порошок равномерно из разных частей кольца. Перемешивание повторяют еще два раза.

## 2. Метод перекачивания.

Порошковую пробу высыпают на лист кальки или на клеенку. Приподнимают один угол кальки, чтобы порошок пересыпался к противоположному углу; приподнимают противоположный угол; затем поочередно приподнимают два другие угла листа. Перемешивание повторяют не менее 25 раз.

Таблица 2

ТЕХНИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ЛАБОРАТОРНЫХ СОКРАТИТЕЛЕЙ  
(ДЕЛИТЕЛЕЙ) ПРОБ

Наименование	Масса пробы, кг	Степень со- крапления (во сколько раз)	Число со- крапленных проб	Произв- датель- ность, кг/ч	Потреб- ляемая мощность, кВт	Масса устрой- ства, кг	Завод-изгото- витель
Сократитель проб лабора- торный СЩ	0,5-50	2-100	1	до 100 проб в смену	0,18	200	Теодосийский ме- ханурский завод ВПО "Совзгестех- ника"
Делитель проб лабораторный	8 (не более)	8	8	15	0,2	40	Спальный завод "Геоприбор" ВПО "Совзгестехника" (г. Москва)



ПРИЛОЖЕНИЕ 12  
Обязательное

ПРИЛОЖЕНИЕ 13  
Справочное

## МЕТОДЫ СОКРАЩЕНИЯ ПРОБ ВРУЧНУЮ

СЕТКИ ПРОВОЛОЧНЫЕ ТКАНЫЕ С КВАДРАТНЫМИ ЯЧЕЙКАМИ  
(ГОСТ 3584-73)

## 1. Метод квадратования.

Этим методом можно сократить пробу в 2-5 раз. Тщательно перемешанную пробу распределяют на гладкой поверхности ровным слоем в виде прямоугольника. Прямоугольник делят на несколько (не менее 9) равных квадратов. Из середины расположенных в шахматном порядке квадратов берут ложечкой или шпателем одинаковое количество материала, захватывая его на всю глубину слоя. Обтирая материал таким же образом из остальных квадратов, получают дубликат аналитической пробы.

## 2. Метод квартования.

Этим методом можно сократить пробу в два раза. Тщательно перемешанную порошковую пробу высыпают на гладкую поверхность в виде конуса, которому затем придают форму диска. Диск делят с помощью крестовины или дощечки на четыре равные части (квадранты) и несколько раздвигают их. Материал двух накрест лежащих квадрантов собирают совком или шпателем и отбрасывают (мелочь сметают щеткой). Оставшиеся два квадранта смешивают. Этот метод сокращения рекомендуется применять после перемешивания пробы методом "кольца и конуса". Если двукратного сокращения недостаточно, пробу трижды перемешивают методом "кольца и конуса" и повторяют квартование, отбрасывая другую пару квадрантов.

3. Метод сокращения с использованием желобчатого делителя.

Этим методом можно сократить пробу в два раза. Порошковую пробу равномерно высыпают на середину делителя, следя за тем, чтобы не забивались желоба.

Номер сетки	Номинальный размер стороны ячейки в свету, мм	Номер сетки	Номинальный размер стороны ячейки в свету, мм
004	0,040	028	0,280
0045	0,045	0315	0,315
005	0,050	0355	0,355
0056	0,056	04	0,400
0063	0,063	045	0,450
0071	0,071	05	0,500
008	0,080	056	0,560
009	0,090	063	0,630
01	0,100	07	0,700
0112	0,112	08	0,800
0125	0,125	09	0,900
014	0,140	1	1,000
016	0,160	1,25	1,250
018	0,180	1,6	1,600
02	0,200	2	2,000
0224	0,224	2,5	2,500
025	0,250		



**Лист регистрации изменений**

ОСТ "Подготовка проб и организация выполнения количественного анализа в лабораториях Мингео СССР.

Общие требования".

Из- ме- не- ние	Номер листов(страниц)				Номер доку- мента	Подпись	Дата	Срок введения изменения
	Из- ме- нен- ных	За- ме- нен- ных	Но- вых	Аннули- рован- ных				

ОСТ 4I-08-249-85

Заказ № 125. Подписано к печати 24.08.85  
Объем 1,7 уч.-изд.л. Тираж 2000

Ротапринт ОЭИ ВИМСа