

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

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



Научный совет по  
аналитическим методам

Спектральные методы  
Методика № 130 - С

### СЕРЕБРО

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЕБРА ПЛАМЕННЫМ АТОМНО-  
АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ В ТВЕРДЫХ  
ВЕЩЕСТВАХ МИНЕРАЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Отраслевая методика III категории точности

Заказ №29 Тираж 15  
РИС ВИМС

Москва, 2006

ФГУП «УРАНГЕО»



ИЮН 2006

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ ЦЕНТР  
ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И СЕРТИФИКАЦИИ  
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ «ВИМС»



Научный совет по  
аналитическим методам

Спектральные методы  
Методика № 130 - С

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЕБРА ПЛАМЕННЫМ АТОМНО-  
АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ В ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВАХ  
МИНЕРАЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

(редакция 2005 г.)

Отраслевая методика III категории точности

Москва, 2005

РАЗРАБОТАНА: Центральным научно-исследовательским геологоразведочным институтом цветных и благородных металлов (ЦНИГРИ)

РАСМОТРЕНА И РЕКОМЕНДОВАНА К УТВЕРЖДЕНИЮ: Научным советом по аналитическим методам (НСАМ) при ФГУП «ВИМС» (протокол № 24 от 29.11.1973 г.)

ДОПОЛНЕНА И АКТУАЛИЗИРОВАНА: ФГУП Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского (ФГУП «ВИМС»), 2006 г. (протокол № 91 от 27.12.2005 г.)

УТВЕРЖДЕНА: Федеральным научно-методическим центром лабораторных исследований и сертификации минерального сырья (ФНМЦ МПР)

Руководитель ФНМЦ МПР А.А.Рогожин

Методика переработана в соответствии с ГОСТ 8.563-96 и ОСТ 41-08-205-04.

Право тиражирования и распространения принадлежит Федеральному научно-методическому центру лабораторных исследований и сертификации минерального сырья «ВИМС».

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЕБРА ПЛАМЕННЫМ АТОМНО-АБСОРБИЦИОННЫМ МЕТОДОМ В ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВАХ МИНЕРАЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

### НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДИКИ

Методика предназначена для определения серебра при его массовой доле от 0,2 до 2000 г/т в горных породах, полиметаллических, медно-никелевых, серебросодержащих рудах, продуктах их обогащения и переработки, отходах минерального происхождения. Методика не применима к анализу отходов металлов.

### 1. СУЩНОСТЬ МЕТОДИКИ АНАЛИЗА

Атомно-абсорбиционный метод определения серебра в минеральном сырье [1,2] заключается в кислотном разложении пробы, распылении полученного раствора в воздушно-пропановое или воздушно-ацетиленовое пламя и измерении поглощения излучения резонансной линии серебра образующимися в пламени свободными атомами серебра. При низких содержаниях серебра (< 10 г/т) проводят предварительное химическое концентрирование его с помощью экстракции при соотношении водной и органической фаз 10:1. Серебро извлекают в виде комплексного иодида из солянокислой среды изоамиловым спиртом, а затем распыляют экстракт в пламя.

Для измерения атомного поглощения используют любой атомно-абсорбиционный спектрофотометр. В качестве источника резонансного излучения применяют лампу с полым катодом из серебра.

Чувствительность атомно-абсорбиционного определения серебра в растворе на 1% поглощения без экстракционного концентрирования составляет 0,05 мкг/см<sup>3</sup>, что при навеске 5 г в объеме раствора 100 см<sup>3</sup> отвечает содержанию серебра 1 г/т.

Чувствительность атомно-абсорбиционного определения серебра с экстракционным концентрированием из навески 2 г составляет 0,2 г/т. Расширение шкалы регистрирующего прибора в пять раз позволяет получить чувствительность 0,05 г/т.

При исходной навеске 5 г определению серебра не мешает присутствие Cu, Zn, Ni, Co, Pb, Cd, Mn, Bi, Hg, Sb, As, Sn, Mo, W при содержании каждого из них до 2%; Na, K, Mg при содержании до 5%; Al, Ca, Fe до 20% включительно.

*Примечание:* При больших содержаниях каждого элемента помехи незначительны (не более 5-6%<sub>отн.</sub>) и могут быть устранены уменьшением навески пробы.

### 2. ЗНАЧЕНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Методика количественного химического анализа обеспечивает с вероятностью  $P = 0,95$  получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Указанные в таблице погрешности соответствуют требованиям к точности, принятым в МПР России [3].

Таблица 1  
Диапазон измерений, значения характеристик погрешности измерений при доверительной вероятности  $P = 0,95$

Диапазон измерений серебра, г/т	Характеристика погрешности измерений (границы интервала, в котором находится погрешность измерений) $\pm \Delta$ , г/т
0,2 – 0,49	0,59 С
0,5 – 1,9	0,49 С
2,0 – 4,9	0,39 С
5,0 – 9,9	0,35 С
10,0 – 19,9	0,30 С
20,0 – 49,0	0,24 С
50,0 – 99,9	0,18 С
100 – 199	0,14 С
200 – 499	0,10 С
500 – 2 000	0,05 С

### 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, СПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

#### 3.1. Средства измерений.

- Атомно-абсорбционный спектрофотометр любой марки.
- Спектральная лампа с полым катодом, излучающая спектр серебра.
- Весы аналитические лабораторные, 2 кл. точности, ГОСТ 24104.
- Весы технические лабораторные, 4 кл. точности, ГОСТ 24104.
- Пипетки 2-2-5 (10, 50), ГОСТ 20292.
- Пипетки 5-2-1 (2), ГОСТ 20292.
- Пипетки 6-2-5, ГОСТ 20292.
- Колбы мерные 1-50 (100, 200, 250, 500) – 2, ГОСТ 1770.
- Цилиндры мерные 1-5 (10, 25, 100), ГОСТ 1770.

#### 3.2. Вспомогательное оборудование, посуда.

- Газ ацетилен в баллонах, снабженных редуктором, ГОСТ 5457.
- Газ пропан-бутан в баллонах, снабженных редуктором, ГОСТ 15860.
- Компрессор для получения сжатого воздуха или воздух сжатый в баллонах.
- Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева, ГОСТ 14419.
- Колбы конические с притертой пробкой КН-1-250-19/26 ТХС, ГОСТ 25336.
- Воронки ВФ-1-56 (75) - 140 (175) ХС, ГОСТ 25336.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных.

#### 3.3. Стандартные образцы состава.

- Стандартные образцы состава (ГСО) или аттестованные смеси (АС) с аттестованным содержанием серебра от 0,2 до 2000 г/т, установленным с погрешностью аттестации незначимой по сравнению с погрешностью методики (табл. 1). ГСО и АС должны быть близкими по составу и массовой доле серебра к анализируемым пробам.

#### 3.4. Реактивы и материалы.

- Азотная кислота, чда, ГОСТ 4461.
- Соляная кислота, чда, ГОСТ 3118.
- Калий йодистый, чда, ГОСТ 4232.
- Серебро (порошок), чда, ТУ 6-09-05-46.
- Изоамиловый спирт, ч, ТУ 6-09-14-1907.
- Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.
- Фильтры обеззоленные «синяя лента» диаметром 9 см, ТУ 6-09-1678.

Допускается использование реактивов и материалов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже чда.

### 4. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Измерения проводятся в нормальных лабораторных условиях в соответствии с ГОСТ 15150.

Температура окружающего воздуха (20±5)°С.

Относительная влажность (80±5)%.

Атмосферное давление (84 - 106) кПа.

Частота переменного тока (50±1)Гц.

Напряжение в сети (220±10) В.

### 5. ОТБОР, ПОДГОТОВКА И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб горных пород, руд, продуктов их обогащения и переработки осуществляют по действующим у заказчика нормативным документам.

Отбор проб отходов минерального происхождения производят в соответствии с ПНД Ф 12.4.2.1-99 [5].

При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

- цель анализа,
- место, время отбора,
- номер пробы,
- должность, фамилия отбирающего пробы, дата.

Подготовку и хранение проб выполняют в соответствии с ОСТ 41-08-249-85 [5].

#### 6. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ АНАЛИЗА.

##### 6.1. Подготовка прибора к работе.

Подготовку прибора к работе и оптимизацию условий измерения проводят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора. Прибор должен быть поверен.

##### 6.2. Приготовление вспомогательных растворов.

6.2.1. Азотная кислота, разбавленная 1:1. К объему дистиллированной воды приливают равный объем азотной кислоты, перемешивают. Срок хранения не ограничен.

6.2.2. Соляная кислота, разбавленная 1:4. К четырем объемам дистиллированной воды приливают один объем соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения не ограничен.

6.2.3. Соляная кислота, разбавленная 1:10. К десяти объемам дистиллированной воды приливают один объем соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения не ограничен.

6.2.4. Калий йодистый, 10%-ный водный раствор. 10 г соли растворяют в 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Готовят в день применения.

6.2.5. Смесь соляной и азотной кислот (3:1). К трем объемам соляной кислоты приливают один объем азотной кислоты, перемешивают. Готовят в день применения.

##### 6.3. Приготовление градуировочных растворов серебра.

###### 6.3.1. Приготовление раствора А.

Навеску 0,1000 г чистого серебра (99,99%) растворяют при умеренном нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты 1:1. Приливают 20-25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 100-120 см<sup>3</sup> соляной кислоты (до полного растворения образующегося хлорида серебра). Раствор переносят в мерную колбу на 500 см<sup>3</sup> и доливают до метки соляной кислотой 1:4. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 200 мкг серебра.

###### 6.3.2. Приготовление раствора Б.

Переносят пипеткой 2 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> и доливают до метки соляной кислотой 1:4. 1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 4 мкг серебра.

##### 6.4. Построение градуировочных графиков.

Для определения серебра при содержании его от 0,2 до 5 мкг в 1 см<sup>3</sup> раствора

В мерные колбы на 200 см<sup>3</sup> помещают 0,2; 0,5; 1; 2; 4; 5 см<sup>3</sup> раствора А, доливают до метки соляной кислотой 1:4 и тщательно

перемешивают. Полученные растворы содержат 0,2; 0,5; 1; 2; 5 мкг серебра в 1 см<sup>3</sup>. Растворы устойчивы в течение двух месяцев.

Для определения серебра при содержании его от 0,01 до 0,2 мкг в 1 см<sup>3</sup> раствора

В мерные колбы на 100 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1; 2; 4; 5 см<sup>3</sup> раствора Б, доливают до метки соляной кислотой 1:10 и тщательно перемешивают. Полученные растворы, содержащие 0,02; 0,04; 0,08; 0,16; 0,2 мкг серебра в 1 см<sup>3</sup> переносят в конические колбы с притертыми пробками емкостью 250 см<sup>3</sup>, приливают пипеткой 1 см<sup>3</sup> 10%-ного раствора йодида калия, 10 см<sup>3</sup> изоамилового спирта и энергично встряхивают в течение двух минут. Снова переносят растворы в те же мерные колбы на 100 см<sup>3</sup>. После расслоения фаз отделяют верхний органический слой. Изоамиловый спирт частично растворяется в водной фазе (~ 3 см<sup>3</sup> в 100 см<sup>3</sup> солянокислого раствора), поэтому объемы получаемых экстрактов составляют около 7 см<sup>3</sup>. Так как такие же потери спирта имеют место при экстрагировании серебра из анализируемых растворов, условно считают, что полученные градуировочные растворы содержат 0,2; 0,4; 0,8; 1,6; 2,0 мкг серебра в 1 см<sup>3</sup>. Растворы пригодны для работы в течение трех дней.

Измерение абсорбции образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочного графика абсорбцию каждого раствора измеряют три раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных при следующих условиях: аналитическая линия серебра – 328,06 нм; сила тока лампы с полым катодом – 10-12 ма; ширина щели спектрофотометра – <0,04 мм; давление воздуха – 1,2 кгс/см<sup>2</sup>; давление газа для пламени пропан-воздух – 320-360 мм вод.ст.; давление газа для пламени ацетилен-воздух – 0,6-0,7 кгс/см<sup>2</sup> при расходе 2,5 дм<sup>3</sup>/мин. Измерения выполняют в соответствии с инструкцией к используемому прибору.

При анализе больших партий проб градуировочные растворы фотометрируют через каждые 30 минут.

График строят в координатах А и С, где

А - атомное поглощение в относительных величинах;

С - среднее значение концентрации серебра в градуировочном растворе или экстракте градуировочных растворов, мкг/см<sup>3</sup>.

##### 6.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят одновременно с измерением анализируемых растворов. Средствами контроля являются градуировочные растворы (не менее трех растворов,

отвечающих по концентрации серебра приблизительно началу, середине и концу градуировочного графика).

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

$$|C - C_0| \leq 0,33 \Delta,$$

где:

- $C$  - результат контрольного измерения массовой концентрации серебра в растворе для градуировки;
- $C_0$  - аттестованное значение массовой концентрации серебра в растворе для градуировки;
- $\Delta$  - значение характеристики погрешности, соответствующее массовой концентрации серебра в растворе для градуировки ( $C_0$ ). Значения  $\Delta$  приведены в табл.1.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное его измерение с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика не стабильна, выясняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новую шкалу градуировочных серий.

## 7. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

### 7.1. Определение серебра без экстракционного концентрирования.

Навеску пробы (смотри таблицу 2), растертую до 200 меш, помещают в коническую колбу емкостью 250 см<sup>3</sup> и приливают 20-25 см<sup>3</sup> свеженприготовленной царской водки. Колбу закрывают воронкой и умеренно нагревают на плитке, периодически встряхивая.

*Примечание:* При анализе сплошных сульфидных руд навеску предварительно обрабатывают царской водкой на холоду в течение 1-2 часов.

Через час воронку снимают, доливают 5-10 см<sup>3</sup> царской водки, перемешивают и упаривают до влажных солей. Для удаления оксидов азота приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, снова упаривают до влажных солей. Приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты 1:4, кипятят 2-3 минуты, охлаждают и фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу на 100 или 250 см<sup>3</sup>, в зависимости от предполагаемого содержания серебра.

Колбу, в которой растворялась навеска, и осадок на фильтре промывают соляной кислотой 1:4 и этой же кислотой доливают раствор до метки.

Таблица 2

Рекомендуемые навески и разбавления

Предполагаемое содержание серебра, г/т	Навеска, г	Объем раствора, см <sup>3</sup>
10 - 20	5,0	100
20 - 80	2,0	100
80 - 400	1,0	100
400 - 2000	0,5	250

*Примечание:* Исследования, выполненные авторами настоящей инструкции, показали, что навеска 1 г достаточно представительна для определения серебра в кварцевых, полиметаллических и медно-никелевых рудах.

Абсорбцию каждого анализируемого раствора и каждого градуировочного раствора измеряют трижды и усредняют. С помощью градуировочных графиков, построенных по градуировочным растворам в координатах: абсорбция - содержание серебра в растворе (мкг/см<sup>3</sup>), определяют содержание серебра в анализируемом растворе.

### 7.2. Определение серебра с экстракционным концентрированием.

Навеску пробы 1-2 г растворяют, как указано выше. Остывший раствор фильтруют в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup>, промывая колбу, в которой растворялась проба, и осадок соляной кислотой 1:10. Доливают до метки той же кислотой, тщательно перемешивают и отбирают 50 см<sup>3</sup> раствора в коническую колбу с притертой пробкой (вторая половина раствора остается для контроля). Добавляют пипеткой 1 см<sup>3</sup> 10%-ного раствора йодистого калия, 5 см<sup>3</sup> изоамилового спирта, встряхивают в течение двух минут и переносят в мерную колбу на 50 см<sup>3</sup>. После расслоения фаз верхний органический слой отделяют и расплющивают в пламя.

Для того, чтобы при анализе полиметаллических руд устранить возможное влияние состава, к 50 см<sup>3</sup> отобранного раствора приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты 1:10, 1 см<sup>3</sup> 10%-ного раствора йодистого калия и 10 см<sup>3</sup> изоамилового спирта. Встряхивают в течение двух минут, переносят раствор в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> и после расслоения фаз верхний органический слой расплющивают в пламя.

Градуировочный график строят по эталонам-экстрактам в координатах: абсорбция - содержание серебра в экстракте (мкг/см<sup>3</sup>).

## 8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Содержание серебра ( $C$ ) в исходной пробе рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{C \cdot V}{m} \quad (\text{мкг/г или г/т}), \quad (1)$$

где:

- $C$  - концентрация серебра в растворе или экстракте, найденная по градуировочному графику, мкг/см<sup>3</sup>;
- $V$  - объём анализируемого раствора или экстракта, см<sup>3</sup>;
- $m$  - исходная навеска или навеска, соответствующая объёму раствора, поступившего на экстракцию, г.

## 9. ФОРМА ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения заносят в протокол КХА в виде:

$$C \text{ и } \Delta, P = 0,95,$$

где  $C$  - результат анализа, выраженный массовой долей серебра (г/т),

$\Delta$  - характеристика погрешности измерения для данной массовой концентрации серебра ( $C$ ) при  $P = 0,95$ .

Значения  $\Delta$  приведены в табл.1. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же порядка, что и значение характеристики погрешности.

## 10. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ КХА (ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ)

**10.1.** Алгоритм проведения оперативного контроля внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности и повторяемости.

Оперативный контроль внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности проводят с использованием рабочих проб путем сопоставления расхождений  $D_K$  между двумя результатами анализа (первичного -  $C_P$  и повторного -  $C_K$ ), полученными в разных условиях (время, исполнитель и т.д.) с нормативом (пределом) оперативного контроля  $D$ .

Внутрилабораторную прецизионность контрольных измерений признают удовлетворительной, если:

$$D_K = |C_P - C_K| \leq D$$

и неудовлетворительной, если  $D_K > D$ .

Значения  $D$  приведены в таблице 3.

Выбор значения  $D$  проводят по значениям

$$\bar{C} = \frac{C_P + C_K}{2}.$$

Таблица 3

Значения нормативов (пределов) оперативного контроля внутрилабораторной прецизионности и повторяемости при доверительной вероятности  $P=0,90$

Диапазон измерений серебра, г/т	Значения нормативов контроля (для двух измерений, $m=2$ ), г/т	
	Внутрилабораторной прецизионности, $D$	Повторяемости, $d$
0,2 – 0,49	0,70 $C$	0,35
0,5 – 1,9	0,58 $C$	0,29
2,0 – 4,9	0,46 $C$	0,23
5,0 – 9,9	0,42 $C$	0,21
10,0 – 19,9	0,36 $C$	0,18
20,0 – 49,9	0,28 $C$	0,14
50,0 – 99,9	0,21 $C$	0,11
100 – 199	0,17 $C$	0,08
200 – 499	0,12 $C$	0,06
500 – 2000	0,06 $C$	0,03

При необходимости исполнитель анализа выполняет контроль повторяемости (сходимости) результатов. Норматив контроля (Н.К.) для двух результатов измерений составляет  $\sim 0,5D$  и приведен в таблице 3 гр. 3.

Значение стандартного отклонения повторяемости ( $\tilde{\sigma}_{cx}$ ) может быть определено экспериментальным путем, в этом случае  $d = 2,33 \cdot \tilde{\sigma}_{cx}$ ,  $P=0,90$ .

**10.2.** Алгоритм проведения оперативного контроля погрешности (точности) с использованием образцов для контроля.

Образцами для оперативного контроля точности являются стандартные образцы или аттестованные смеси, близкие по составу анализируемым пробам.

Алгоритм проведения оперативного контроля точности с применением образцов для контроля состоит в сравнении результата контрольной процедуры  $K_k$ , равного разности между результатом контрольного измерения аттестованной характеристики в образце для контроля -  $C$  и его аттестованным значением  $C_0$ , с нормативом оперативного контроля точности  $K$ .

Точность контрольного измерения признают удовлетворительной, если:

$$K_k \leq K, \text{ где } K_k = |C - C_0|$$

и неудовлетворительной, если  $K_k > K$ .

Норматив контроля погрешности (точности)  $K$  вычисляют по формуле:

$$K = 0,84 \cdot \Delta, P = 0,90,$$

где  $\Delta$  - значение характеристики погрешности измерений (без учета знака), соответствующее содержанию компонента в образце для контроля. Значения  $\Delta$  приведены в таблице 1.

#### 11. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА (ИЗМЕРЕНИЙ)

Для обеспечения точности необходимо строго соблюдать пропись инструкции, величину навески пробы, объем раствора, аликвотной части и экстрагента.

По ходу анализа одновременно с партией проб выполняют «контрольный опыт», результаты которого вычитают из результатов анализа.

При превышении норматива оперативного контроля  $D$  и/или  $K$ , эксперимент повторяют. В случае повторного превышения указанных нормативов выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

На основе результатов оперативного контроля измерений единичных проб можно сделать заключение о наличии ( $D_k > D, K_k > K_d$ ) или отсутствии ( $D_k < D, K_k < K$ ) грубого нарушения хода анализа.

#### 12. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

12.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами ГОСТ 12.4.021.

12.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

12.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

12.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

12.5. Корпуса блоков приборов должны быть заземлены.

12.6. При выполнении анализа необходимо строго соблюдать меры безопасности, предусмотренные в руководстве по эксплуатации прибора.

12.7. При пользовании кислотами, приготовлении градуировочных растворов, растворов реактивов следует руководствоваться общими правилами работы в химико-аналитических лабораториях [6].

12.8. Измерительные пипетки должны быть снабжены закрепленными на них резиновыми грушами.

12.9. Закрытые помещения при использовании в них приборов должны быть оснащены вентиляцией.

12.10. Должны выполняться правила обращения с газами, находящимися в баллонах под давлением.

12.11. Выполнение измерений может проводить химик-аналитик, владеющий техникой атомно-абсорбционного анализа, изучивший инструкцию по работе с соответствующими приборами.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Фишкова Н.Л. Атомно-абсорбционное определение серебра в рудах. Труды ЦНИГРИ, вып. 102, стр.178, 1972.

2. Фишкова Н.Л., Казарина Т.Н. Атомно-абсорбционное определение серебра в рудах. Зав.лаб. №12, стр.1447.

3. ОСТ 41-08-212-04. Управление качеством аналитических работ. «Нормы погрешности при определении химического состава минерального сырья и классификация методик лабораторного анализа по точности результатов». М. 2004.

4. Отходы минерального происхождения. Рекомендации по отбору и подготовке проб. Общие положения. ПНД Ф 12.4.2.1. - 99

5. ОСТ 41-08-249-85. Управление качеством аналитической работы. «Подготовка проб и организация выполнения количественного анализа в лабораториях Мингео СССР».

6. Инструкция по технике безопасности при лабораторных работах. Госгеолтехиздат, М., 1961.

**ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ИНСТИТУТ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ ИМ. Н.М.  
ФЕДОРОВСКОГО (ФГУП ВИМС)**

Аккредитованная метрологическая служба, аттестат рег. № 01.00115-01

**СВИДЕТЕЛЬСТВО № 130**

*об аттестации методики количественного химического анализа № 130-С*

**Методика количественного химического анализа: Определение серебра** пламенным атомно-абсорбционным методом в твердых веществах минерального происхождения.

**разработанная:** Центральным научно-исследовательским геологоразведочным институтом цветных и благородных металлов (ЦНИГРИ)

**дополнена и актуализирована** ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М.Федоровского» (ФГУП «ВИМС»).

**аттестована** в соответствии с ГОСТ 8.563-96, с изменениями № 1 и № 2, и ОСТ 41-08-205-04.

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

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1. Диапазон измерений, значения показателя точности (погрешности) методики при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Диапазон измерений серебра, г/т	Показатель точности (границы интервала, в котором находится погрешность измерений), $\Delta$ , г/т
0,2 – 0,49	0,59 С
0,5 – 1,9	0,49 С
2,0 – 4,9	0,39 С
5,0 – 9,9	0,35 С
10,0 – 19,9	0,30 С
20,0 – 49,9	0,24 С
50,0 – 99,9	0,18 С
100 – 199	0,14 С
200 – 499	0,10 С
500 – 2000	0,05 С

2. Значения нормативов (пределов) контроля погрешности результатов измерений.

2.1. Диапазон измерений, значения нормативов (пределов) контроля внутрилабораторной прецизионности и воспроизводимости.

Диапазон измерений серебра, г/т	Значения нормативов (пределов) (для двух результатов измерений $m=2$ ), г/т	
	Внутрилабораторного контроля $P=0,90$	Внешнего контроля, $P=0,95$
0,2 – 0,49	0,70 С	0,83 С
0,5 – 1,9	0,58 С	0,69 С
2,0 – 4,9	0,46 С	0,55 С
5,0 – 9,9	0,42 С	0,49 С
10,0 – 19,9	0,36 С	0,42 С
20,0 – 49,9	0,28 С	0,34 С
50,0 – 99,9	0,21 С	0,25 С
100 – 199	0,17 С	0,20 С
200 – 499	0,12 С	0,14 С
500 – 2000	0,06 С	0,07 С

2.2. Диапазон измерений значения нормативов оперативного контроля погрешности (точности) при проведении контроля с использованием образцов для контроля

Диапазон измерений серебра, г/т	Норматив внутрилабораторного контроля погрешности, К, г/т ( $P=0,90$ )	Норматив внешнего контроля погрешности, К, г/т ( $P=0,95$ )
0,2 – 0,49	0,50 С	0,59 С
0,5 – 1,9	0,41 С	0,49 С
2,0 – 4,9	0,33 С	0,39 С
5,0 – 9,9	0,30 С	0,35 С
10,0 – 19,9	0,25 С	0,30 С
20,0 – 49,9	0,20 С	0,24 С
50,0 – 99,9	0,15 С	0,18 С
100 – 199	0,12 С	0,14 С
200 – 499	0,08 С	0,10 С
500 – 2000	0,04 С	0,05 С

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

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

- контроль правильности результатов анализа;

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

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения анализа приведен в документе на методику анализа.

Приемочный контроль партии выполняют в соответствии с ОСТ 41-08-214-04. Контроль стабильности и правильности результатов анализа выполняют в соответствии с ОСТ 41-08-214-04 (раздел 7), ОСТ 41-08-265-04.

Дата выдачи свидетельства: «27» декабря 2005 г.

Срок действия до: «27» декабря 2010 г.

УТВЕРЖДЕНО

Заместитель Генерального директора  
ФГУП ВИМС



Рогожин А.А.