

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

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



Научный совет по  
аналитическим методам

Химические методы  
Методика № 430 - X

**ЗОЛОТО, ПЛАТИНА, ПАЛЛАДИЙ, РОДИЙ,  
ИРИДИЙ, РУТЕНИЙ**

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА, ПЛАТИНЫ, ПАЛЛАДИЯ,  
РОДИЯ, ИРИДИЯ, РУТЕНИЯ В ПОРОДАХ  
РАЗНООБРАЗНОГО СОСТАВА МЕТОДОМ АТОМНОЙ  
АБСОРБЦИИ С ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ  
АТОМИЗАЦИЕЙ ПОСЛЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

Отраслевая методика III категории точности

Заказ № 35. Тираж 15 экз.  
РИС ВИМС, 2008 г.

Москва, 2005

ФГУП «УРАНГЕО»



МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

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



Научный совет по  
аналитическим методам

Химические методы  
Методика № 430 – X

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА, ПЛАТИНЫ, ПАЛЛАДИЯ, РОДИЯ, ИРИДИЯ,  
РУТЕНИЯ В ПОРОДАХ РАЗНООБРАЗНОГО СОСТАВА МЕТОДОМ  
АТОМНОЙ АБСОРБЦИИ С ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ  
АТОМИЗАЦИЕЙ ПОСЛЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

(редакция 2005 г.)

Отраслевая методика III категории точности

Москва, 2006

№ 430-Х ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА, ПЛАТИНЫ, ПАЛЛАДИЯ, РОДИЯ, ИРИДИЯ, РУТЕНИЯ В ПОРОДАХ РАЗНООБРАЗНОГО СОСТАВА МЕТОДОМ АТОМНОЙ АБСОРБЦИИ С ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ ПОСЛЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

РАЗРАБОТАНА: Всероссийским научно-исследовательским геологическим институтом им. А.П. Карпенко (ВСЕГЕИ)

ИСПОЛНИТЕЛИ: Н.Ю. Бунакова, В.М. Захаренко (ВСЕГЕИ)

РАССМОТРЕНА И РЕКОМЕНДОВАНА К УТВЕРЖДЕНИЮ: Научным советом по аналитическим методам (НСАМ) при ФГУП «ВИМС» (протокол № 72 от 11.11.1993 г.)

ДОПОЛНЕНА И АКТУАЛИЗИРОВАНА: ФГУП Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского (ФГУП «ВИМС»), 2005 г. (протокол № 90 от 27.10.2005 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 ЗОЛОТА, ПЛАТИНЫ, ПАЛЛАДИЯ, РОДИЯ, ИРИДИЯ, РУТЕНИЯ В ПОРОДАХ РАЗНООБРАЗНОГО СОСТАВА МЕТОДОМ АТОМНОЙ АБСОРБЦИИ С ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ АТОМИЗАЦИЕЙ ПОСЛЕ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

### НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДИКИ

Методика предназначена для определения массовой доли золота, платины, палладия, родия, иридия и рутения в горных породах, полиметаллических и хромовых рудах, рудах, содержащих благородные металлы, продуктах их обогащения и переработки, почвах и отходах минерального происхождения при содержаниях золота от 0,003 - 1,0 мг/кг ( $3 \cdot 10^{-7}\%$  до  $1 \cdot 10^{-4}\%$ ), палладия от 0,005 - 1,0 мг/кг ( $5 \cdot 10^{-7}\%$  до  $1 \cdot 10^{-4}\%$ ), платины, рутения, родия и иридия от 0,02 - 1,0 мг/кг ( $2 \cdot 10^{-6}$  до  $1 \cdot 10^{-4}\%$ ). Методика не применима к анализу отходов металлов.

### 1. СУЩНОСТЬ МЕТОДИКИ АНАЛИЗА

Методика атомно-абсорбционного определения благородных металлов основана на измерении поглощения атомами определяемых элементов излучения стандартных источников света. Атомизация соединений благородных металлов производится электротермически в графитовой печи.

Измерение поглощения ведется по наиболее интенсивным резонансным линиям. В качестве источников стандартного излучения используют лампы с полым катодом. Оптимальные температуры атомизации находятся в интервале температур 2400°С (палладий) - 2700°С (золото).

Мешающее влияние основы пробы устраняется избирательным концентрированием благородных металлов на комплексобразующем сорбенте ПОЛИОРГС IV (ПВБ-МП-20Т) [2].

Измерение атомной абсорбции элементов ведется с использованием водной суспензии концентрата. При термической деструкции матрицы сорбента в графитовом атомизаторе на стадии пиролиза образуются газообразные продукты, на стадии атомизации неселективные помехи отсутствуют.

Рабочую пробу после обжига (температура -  $450 \pm 30^\circ\text{C}$ ) разлагают смесью кислот - фтористоводородной и азотной и затем соляной и азотной. Далее остаток после кислотной обработки спекают с пероксидом натрия, при этом достигается окисление органического вещества и разложение хромита [1,3].

## 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 РФ [7-9].

Таблица 1

Диапазон измерений, значения характеристики погрешности измерений при доверительной вероятности  $P = 0,95$

Элементы	Диапазон измерений содержания благородных металлов, мг/кг	Характеристика погрешности измерений (границы интервала, в котором находится погрешность измерений) $\pm \Delta$ , мг/кг
<i>Au</i>	0,002 – 0,99	0,59 С
<i>Pd</i>	0,005 – 0,49	0,54 С
	0,5 – 0,99	0,48 С
<i>Pt</i> , <i>Ru</i> , <i>Rh</i> ,	0,02 – 0,49	0,59 С
<i>Ir</i>	0,5 – 0,99	0,54 С

Примечание - Погрешности для *Ru*, *Rh*, *Ir* взяты из погрешности для *Pt*

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

### 3.1. Средства измерений.

- Атомно-абсорбционный спектрофотометр с графитовым атомизатором любой марки.
- Лампа спектральная с полым катодом, излучающая спектры платины, палладия, иридия, родия, рутения и золота.
- Весы аналитические лабораторные любого типа, 2 класса точности, ГОСТ 24104.
- Весы технические лабораторные, 4 класса точности, с пределом взвешивания 200 г, ГОСТ 24104.
- Пипетки 2-2-5 (10, 25, 50, 100), ГОСТ 20292.
- Пипетки 6-2-5, ГОСТ 20292.
- Микропипетки на 20 мкл<sup>3</sup>.
- Колбы мерные 1-100 (200-500) – 2 ГОСТ 1770.
- Пробирки п-2-10-0,1 ХС, ГОСТ 1770.
- Цилиндры мерные 1-5 (10-25-50-100-250), ГОСТ 1770.

### 3.2. Вспомогательное оборудование, посуда.

- Печь муфельная, ТУ 16.531.641 или аналогичная с температурой нагрева не ниже 800°C.
- Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева, ГОСТ 14419.
- Бачка водяная, ТУ 64-1-2850, ТУ 10-23-103.
- Аргон газообразный (99,99%) в баллоне, снабженном редуктором, ГОСТ 10197.
- Стаканы В-1-300 (400) ТХС, ГОСТ 25336.
- Колбы конические КН 1-250 ТХС, ГОСТ 25336.
- Воронки ВФ-1-56(75)-140 (175) ХС, ГОСТ 25336.
- Лодочка фарфоровая прямоугольная № 3, ГОСТ 9147.
- Чашки из стеклогуглерода на 150 см<sup>3</sup>, ТУ 48-20-117.
- Тигли стеклогуглеродные № 5, ТУ 48-20-117.
- Тигли корундовые диаметром 45 мм.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем приведены в п. 3.1 и 3.2.

### 3.3. Стандартные образцы состава.

- Стандартные образцы состава или аттестованные смеси с аттестованным содержанием золота от 0,003 до 1,0 г/т, палладия от 0,005 до 1,0 г/т, платины, рутения, родия и иридия от 0,02 до 1,0 г/т, установленным с погрешностью аттестации незначимой по сравнению с погрешностью методики (табл.1). ГСО должны быть близкими по составу и содержанию благородных металлов к рабочим пробам. Можно пользоваться стандартными образцами из комплекта стандартных образцов сплава меди с благородными металлами № 930-935 по Госреестру мер и измерительных приборов СССР (раздел «Стандартные образцы»).

### 3.4. Реактивы и материалы.

- Азотная кислота, хч, ГОСТ 4461
- Соляная кислота, хч, ГОСТ 3118.
- Фтористоводородная кислота, 40%-ная, ГОСТ 10484.
- Натрия пероксид, ч., ТУ 6-09-2706.
- Комплексообразующий сорбент - ПОЛИОРГС IV - (ПВБ-МП-20Т).
- Золото 3Л 999,9 по ГОСТ 6835.
- Иридий в порошке, ГОСТ 12338.
- Палладий в порошке, ГОСТ 14836.
- Платина в порошке, ГОСТ 14837.
- Родий в порошке, ГОСТ 12342.
- Родий треххлористый, 4-х водный, ТУ 6-09-2024.

- Рутений в порошке, ГОСТ 12343.
- Дистиллированная вода, ГОСТ 6709.
- Фильтры обезоленные «синяя лента», диаметром 7 см и 9 см, ТУ 6-09-1678.
- Бумага универсальная для определения pH, ТУ 6-09-1181.

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 ( $20 \pm 5$ )°С.

Относительная влажность ( $80 \pm 5$ )%.

Атмосферное давление (84 - 106) кПа.

Частота переменного тока ( $50 \pm 1$ )Гц.

Напряжение в сети ( $220 \pm 10$ ) 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 [8].

Отбор проб почвы проводят в соответствии с ГОСТ 17.4.3.01, 17.4.4.02 и 28168, донных отложений по ГОСТ 17.1.5.01.

При отборе проб составляется сопроводительный документ по форме, в которой 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 [6].

#### 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.

- Соляная кислота, разбавленная 1:1. К объему дистиллированной воды приливают равный объем соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения не ограничен.

- Соляная кислота с молярной концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup>. 166 см<sup>3</sup> соляной кислоты переносят в мерную колбу на 1 дм<sup>3</sup>, приливают дистиллированной воды до метки, перемешивают. Срок хранения не ограничен.

- Смесь соляной и азотной кислот (3:1). К трем объемам соляной кислоты приливают один объем азотной кислоты, перемешивают. Готовят перед употреблением.

6.3. Приготовление градуировочных растворов золота, платины, палладия, родия, иридия и рутения.

##### 6.3.1. Приготовление градуировочных растворов золота.

**Раствор А.** Навеску 0,1000 г золота (по п. 3.3.) растворяют в стакане на 250 см<sup>3</sup> при нагревании в 20 см<sup>3</sup> свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1). Раствор упаривают до сиропообразного состояния, приливают 3-4 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова упаривают до влажных солей. Добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу на 500 см<sup>3</sup>, доливают этой же кислотой до метки, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 200 мкг золота. Хранят раствор в темном месте в течение шести месяцев.

**Раствор Б.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 5 см<sup>3</sup> раствора А, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 10 мкг золота. Раствор хранят в темном месте не более трех месяцев.

**Раствор В.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора Б, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 1 мкг золота. Раствор хранят в темном месте не более месяца.

**Раствор Г.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора В, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,1 мкг золота. Раствор хранят в темном месте не более двух недель.

**Раствор Д.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора Г, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,01 мкг золота. Раствор готовят в день использования.

### 6.3.2. Приготовление градуировочных растворов платины.

**Раствор А.** Навеску 0,1000 г платины (по п. 3.3.) растворяют в стакане на 250 см<sup>3</sup> при нагревании в 20 см<sup>3</sup> свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1). Раствор упаривают до сиропообразного состояния, приливают 3-4 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова упаривают до влажных солей. Добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу на 500 см<sup>3</sup>, доливают этой же кислотой до метки, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 200 мкг платины. Хранят раствор в темном месте в течение шести месяцев.

**Раствор Б.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 5 см<sup>3</sup> раствора А, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 10 мкг платины. Раствор хранят в темном месте не более трех месяцев.

**Раствор В.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора Б, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 1 мкг платины. Раствор хранят в темном месте не более месяца.

**Раствор Г.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора В, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,1 мкг платины. Раствор хранят в темном месте не более двух недель.

### 6.3.3. Приготовление градуировочных растворов палладия.

**Раствор А.** Навеску 0,1000 г палладия (по п. 3.3.) растворяют в стакане на 250 см<sup>3</sup> при нагревании в 20 см<sup>3</sup> свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1). Раствор упаривают до сиропообразного состояния, приливают 3-4 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова упаривают до влажных солей. Добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу на 500 см<sup>3</sup>, доливают этой же кислотой до метки, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 200 мкг палладия. Хранят раствор в темном месте в течение шести месяцев.

**Раствор Б.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 5 см<sup>3</sup> раствора А, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 10 мкг палладия. Раствор хранят в темном месте не более трех месяцев.

**Раствор В.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора Б, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 1 мкг палладия. Раствор хранят в темном месте не более месяца.

**Раствор Г.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора В, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,1 мкг палладия. Раствор хранят в темном месте не более двух недель.

**Раствор Д.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора Г, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,01 мкг палладия. Раствор готовят в день использования.

### 6.3.4. Приготовление градуировочных растворов родия, иридия и рутения.

**Раствор А.** Навеску по 0,1000 г родия, иридия и рутения (по п. 3.3.) сплавляют с 1г пероксида натрия в стеклотермометрическом тигле при  $t = 600 - 650^\circ\text{C}$  в муфельной печи в течение 5-7 минут до полного переведения металлов в расплав. Содержимое тигля после охлаждения количественно переносят дистиллированной водой в стакан на 250 см<sup>3</sup>, осторожно приливают небольшими порциями смесь соляной и азотной кислот (3:1), сначала до полного растворения осадка, затем 20 см<sup>3</sup> избытка. Раствор упаривают до влажных солей, приливают 4-5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова упаривают до влажных солей. Добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), переносят в мерную колбу на 500 см<sup>3</sup>, доводят этой же кислотой до метки, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит по 200 мкг родия, иридия и рутения. Хранят раствор в темном месте в течение шести месяцев.

**Раствор Б.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 5 см<sup>3</sup> раствора А, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 10 мкг родия, иридия и рутения. Раствор хранят в темном месте не более трех месяцев.

**Раствор В.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора Б, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 1 мкг родия, иридия и рутения. Раствор хранят в темном месте не более месяца.

**Раствор Г.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора В, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,1 мкг родия, иридия и рутения. Раствор хранят в темном месте не более двух недель.

**Раствор Д.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора Г, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,01 мкг родия, иридия и рутения. Раствор готовят в день использования.

### 6.3.5. Приготовление градуировочных растворов родия.

**Раствор А.** Навеску 0,2735 г треххлористого четырехвалентного родия (по п. 3.3.) растворяют в 40-50 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) при нагревании. Содержимое переносят в мерную колбу на 500 см<sup>3</sup>, доводят этой же кислотой до метки, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 200 мкг родия. Хранят раствор в темном месте в течение шести месяцев.

**Раствор Б.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 5 см<sup>3</sup> раствора А, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 10 мкг родия. Раствор хранят в темном месте не более трех месяцев.

**Раствор В.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора Б, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 1 мкг родия. Раствор хранят в темном месте не более двух недель.

**Раствор Г.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора В, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,1 мкг родия. Раствор хранят в темном месте не более трех дней.

**Раствор Д.** В мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора Г, доливают до метки 2М раствором соляной кислоты, перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,01 мкг родия. Раствор готовят в день использования.

**6.3.6. Градуировочный раствор благородных металлов**, приготовленный на основе одного из стандартных образцов комплекта СОС сплава меди с благородными металлами. Например исходным материалом может служить образец № 5 /5/ с аттестационными характеристиками *Pt* - 0,0015%, *Pd* - 0,0049%, *Rh* - 0,00049%, *Ir* - 0,00050%, *Ru* - 0,00049%, *Au* - 0,0005%. Могут быть использованы и другие стандартные образцы сплава меди с благородными металлами, для которых должен быть проведен необходимый расчет для получения содержаний (навеска, разведение), по которым могут быть построены градуировочные графики.

Навеску сплава меди с благородными металлами 0,2000 г растворяют в стакане под часовым стеклом при нагревании на водяной бане в 5 см<sup>3</sup> смеси концентрированных соляной и азотной кислот (3:1). Снимают стекло и выпаривают раствор до влажных солей, добавляют 5 см<sup>3</sup> *HCl* (1:1) и повторяют выпаривание. Остаток влажных солей растворяют примерно в 30 см<sup>3</sup> 2М *HCl*, переносят в мерную колбу вместимостью 200 или 100 см<sup>3</sup>, доводят 2М *HCl* до метки и перемешивают.

#### 6.4. Построение градуировочного графика.

Шкалу градуировочных растворов готовят в виде суспензий сорбента ПОЛИОРГС IV из соответствующих градуировочных растворов благородных металлов или из стандартных образцов сплавов меди с благородными металлами.

В конические колбы на 250-300 см<sup>3</sup> помещают градуировочные растворы благородных металлов (п.6.3.). Масса навески, объем раствора и содержание металла представлены в таблицах 2 и 3. Затем в колбы

приливают до 100 см<sup>3</sup> 2М соляную кислоту, перемешивают и проводят сорбцию металла на сорбенте ПОЛИОРГС IV и измерение абсорбции, как указано в п. 7.2 и 7.3.

Таблица 2

Объем градуировочного раствора и содержание благородных металлов

№ колбы	Элементы								
	<i>Au</i>			<i>Pd</i>			<i>Pt, Ru, Rh, Ir</i>		
	Содержание, мкг	Объем раствора, см <sup>3</sup>	Содержание в град. раств./см <sup>3</sup>	Содержание, мкг	Объем раствора, см <sup>3</sup>	Содержание в град. раств./мг/см <sup>3</sup>	Содержание, мкг	Объем раствора, см <sup>3</sup>	Содержание в град. раств./мг/см <sup>3</sup>
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0,03	3	0,01	-	-	-	-	-	-
3	0,05	5	0,01	0,05	5	0,01	-	-	-
4	0,10	10	0,01	0,10	10	0,01	-	-	-
5	0,25	2,5	0,10	0,25	2,5	0,10	0,25	2,5	0,1
6	0,50	5,0	0,10	0,50	5,0	0,10	0,50	5,0	0,1

Таблица 3

Масса навески СОС №5, степень разведения раствора и содержание благородных металлов

Навеска, г	Объем раствора, см <sup>3</sup>	Объем раствора, взятый для сорбции, см <sup>3</sup>	Содержание элемента, мкг			
			<i>Au, Ir</i>	<i>Pt</i>	<i>Pd</i>	<i>Rh, Ru</i>
0,2000	100	100	-	3,0	-	0,98
0,2000	200	100	0,5	1,5	4,9	0,49
0,2000	200	50	0,25	0,75	2,45	-
0,2000	200	25	0,125	0,375	1,225	-
0,2000	200	10	0,050	-	0,49	-
0,2000	200	5	0,025	-	0,245	-

Измерение абсорбции растворов 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.

График строят в координатах  $A$  и  $C$ ,

где  $C$  - среднее значение концентраций благородных металлов в градуировочных растворах, мкг/см<sup>3</sup>;  
 $A$  - атомное поглощение в относительных единицах.

#### 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 содержанию благородных металлов 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 благородных металлов в растворе для градуировки;
- $C_0$  - аттестованное значение массовой концентрации благородных металлов в растворе для градуировки;
- $\Delta$  - значение характеристики погрешности, соответствующее массовой концентрации благородных металлов в растворе для градуировки ( $C_0$ ). Значения  $\Delta$  приведены в п.2 (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 новый градуировочный график.

## 7. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

### 7.1. Разложение пробы

Навеску 10 г рабочей пробы, измельченной до 0,074 мм насыпают в фарфоровую лодочку, помещают в холодную муфельную печь. Постепенно поднимают температуру до  $450 \pm 30^\circ C$  и выдерживают рабочую пробу при этой температуре в течение двух-трех часов. Ограничение температуры вызвано возможностью потери золота из-за летучести арсенида золота, при наличии в пробах мышьяка. В отсутствие мышьяка можно повысить температуру до  $600 - 650^\circ C$ .

Остывшую пробу переносят в чашку из стеклоуглерода, смачивают водой, приливают 50 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выдерживают при комнатной температуре в течение 1 часа.

Затем чашку помещают на плитку или водяную баню и разлагают пробу при умеренном нагревании. Упаривают до влажных солей. Для удаления фторидов содержимое дважды обрабатывают азотной кислотой, каждый раз упаривая раствор до влажных солей. Обмывают стенки чашки водой и вновь упаривают до влажных солей.

К остатку добавляют 50 см<sup>3</sup> свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1) и оставляют при комнатной температуре на один час.

Через час раствор упаривают при умеренном нагревании до влажных солей. Обработку пробы смесью соляной и азотной кислот (3:1) повторяют дважды, каждый раз упаривая раствор до влажных солей. Для удаления следов азотной кислоты пробу дважды обрабатывают соляной кислотой, каждый раз упаривая до влажных солей.

В чашку добавляют 50-70 см<sup>3</sup> теплой ( $\sim 50^\circ C$ ) 2М соляной кислоты, накрывают стеклом и растворяют соли при нагревании. Раствор фильтруют в мерную колбу на 200 см<sup>3</sup> через фильтр «синяя лента» диаметром 9 см, осадок промывают 3-4 раза на фильтре горячей 2М HCl, затем горячей водой. Фильтрат и промывные воды сохраняют.

Фильтр с осадком помещают в корундовый или стеклоуглеродный тигель, озоляют и сжигают в муфельной печи при температуре  $450 \pm 30^\circ C$ . Остаток тщательно смешивают с примерно равным количеством пероксида натрия и спекают в муфельной печи в течение 15-20 мин при  $t = 600 - 650^\circ C$ . Охлажденный спек переносят в стакан на 300-400 см<sup>3</sup>, накрывают стеклом, осторожно под стеклом заливают небольшим количеством воды и осторожно нейтрализуют соляной кислотой до слабокислой среды (по универсальной индикаторной бумаге) и добавляют избыток 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Солянокислый раствор упаривают (при нагревании) на водяной бане или плитке до влажных солей. Соли растворяют в 30 см<sup>3</sup> 2М соляной кислоты. Полученный солянокислый

раствор объединяют с фильтратом, перенося его в мерную колбу на 200 см<sup>3</sup>, где находился первичный фильтрат, и доводят той же кислотой до метки.

### 7.2. Концентрирование

В коническую колбу на 250-300 см<sup>3</sup> помещают либо весь полученный раствор, либо аликвотную часть анализируемого раствора (табл.4), если раствора менее 100 см<sup>3</sup> доливают до 100 см<sup>3</sup> 2М раствором соляной кислоты. На каждые 100 см<sup>3</sup> анализируемого раствора добавляют по 0,100 г тонкоизмельченного (30-70 мкм) сорбента ПОЛИОРГС IV, накрывают колбу воронкой и нагревают раствор на плитке в течение 1,5 часов, не допуская кипения. Через 1,5 часа раствор охлаждают, осадок отфильтровывают через плотный фильтр (d = 7 см), промывают на фильтре 2М соляной кислотой 3-4 раза и 3-4 раза горячей дистиллированной водой до удаления желтого налета на фильтре, фильтрат и промывные воды отбрасывают. Фильтр с осадком высушивают на воздухе. Сухой сорбент пересыпают в пробирку на 10 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, закрывают пробкой и энергично перемешивают до образования однородной суспензии.

При выполнении анализа ведут «контрольный» опыт на реактивах.

Таблица 4

Масса навески и степень разведения в зависимости от содержания благородных металлов в пробе

Диапазон содержания элементов, мг/кг	Навеска, г	Разведение	
		Объем, см <sup>3</sup>	Аликвотная часть, см <sup>3</sup>
от 0,002 - 0,005 вкл.	10	100	100
св. 0,005 - 0,1 вкл.	10	200	100
св. 0,1 - 0,2 вкл.	10	200	50
св. 0,2 - 1,0 вкл.	10	200	25

### 7.3. Измерение атомной абсорбции благородных металлов

Аликвотную часть полученной суспензии 20 мкл вносят в графитовую кювету печи и определяют поглощение золота, платины, палладия, родия, рутения и иридия согласно условиям их определения (таблица 5) и режиму работы печи (таблица 6), руководствуясь при этом инструкцией по работе с электротермическим атомизатором.

Таблица 5  
Условия определения атомной абсорбции благородных металлов

Элемент	Длина волны, нм	Спектральная ширина щели, нм
Золото	242,8	0,7
Платина	265,9	0,7
Палладий	247,6	0,7
Родий	343,5	0,7
Рутений	349,9	0,7
Иридий	264,0	0,2

Таблица 6

Температурно-временные параметры режима работы графитового атомизатора

Элемент	Стадия	t °C	Время, с		Расход аргона, см <sup>3</sup> /мин
			подъема изотермической t °C	выдержки	
Золото	Высушивание	110	10	5	160
	-''-	600	10	5	160
	Пиролиз	1000	7	7	280
	Атомизация	2700	1	3	0 «газ-стоп»
Платина*	Высушивание	110	10	5	160
	-''-	600	10	5	160
	Пиролиз	1300	7	7	280
	Атомизация	2600	1	8	0
Палладий*	Высушивание	110	10	5	160
	-''-	600	10	5	160
	Пиролиз	1200	7	7	280
	Атомизация	2400	1	8	0
Родий и рутений	Высушивание	110	10	5	160
	-''-	600	10	5	160
	Пиролиз	1300	7	7	280
	Атомизация	2500	1	8	0
Иридий	Высушивание	110	10	5	160
	-''-	600	10	5	160
	Пиролиз	1400	7	7	280
	Атомизация	2650	1	8	0

\* При загрязнении графитовой кюветы ее обжигают в течение 5-8 с при температуре 2700 °C.

В начале и конце измерений растворов пробы измеряют атомную абсорбцию растворов градуировочного графика. Для каждой пробы делают подряд не менее трех измерений, результаты которых усредняют.

Для достижения высокой точности определения следует работать при измерении поглощения «способом ограничивающих растворов».

При измерении этим методом получают отсчеты для раствора пробы и для двух градуировочных растворов, подобранных таким образом, чтобы один из них дал отсчет больший, а другой - меньший, чем отсчет от раствора пробы. Повторяют все три измерения (пробы и двух градуировочных растворов) в обратном порядке и берут среднее значение из двух полученных отсчетов.

Градуировочный график строят по результатам фотометрирования двух ограничивающих градуировочных растворов в координатах  $A$  и  $C$ ,

где  $A$  - величина абсорбции,  
 $C$  - концентрация определяемого элемента в градуировочных растворах, мкг/см<sup>3</sup>;

Содержания золота и платиновых металлов рассчитывают по градуировочному графику или по способу ограничивающих растворов.

### 8. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Содержание благородных металлов в пробе, найденное по градуировочному графику, рассчитывают по формуле:

$$C_{(Pt, Pd, Rh, Ir, Ru, Au)} = \frac{C_x \cdot Y}{H \cdot a},$$

где  $C_{(Pt, Pd, Rh, Ir, Ru, Au)}$  - содержание благородных металлов, мг/кг (или %);  
 $C_x$  - содержание элемента во взятой для сорбции аликвотной части раствора с учетом «контрольного» опыта, мкг;  
 $Y$  - общий объем раствора, см<sup>3</sup>;  
 $H$  - навеска, г;  
 $a$  - аликвотная часть раствора, взятая для сорбции, см<sup>3</sup>.

Для пересчета содержания в % необходимо полученное значение умножить на 10<sup>-4</sup>.

Содержание металлов в пробе, найденное по способу ограничивающих растворов, рассчитывают по градуировочному графику и далее рассчитывают по формуле, приведенной выше.

### 9. ФОРМА ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения заносит в протокол КХА в виде:

$$C \text{ и } \Delta, P = 0,95.$$

где  $C$  - содержание благородных металлов в рабочей пробе, выраженный массовой долей (% или мг/кг);  
 $\Delta$  - характеристика погрешности измерения для данного содержания благородных металлов ( $C$ ) при  $P = 0,95$ .

Значения  $\Delta$  приведены в п.2 (табл.1).

Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же порядка, что и значение характеристики погрешности.

### 10. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ КХА

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, исполнители 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 7. Выбор значения  $D$  проводят по значению:

$$\bar{C} = \frac{C_p + C_k}{2}$$

Таблица 7  
Значения нормативов (пределов) оперативного контроля  
внутрилабораторной прецизионности и повторяемости при доверительной  
вероятности  $P=0,90$

Элемент	Диапазон измерений элементов, мг/кг	Значения нормативов контроля (для двух измерений, $n=2$ ), мг/кг	
		Внутрилабораторной прецизионности, $D$	Повторяемости, $d$
<i>Au</i>	0,002 – 0,99	0,70 С	0,35 С
<i>Pd</i>	0,005 – 0,49	0,64 С	0,32 С
	0,5 – 0,99	0,57 С	0,29 С
<i>Pt, Ru,</i> <i>Rh, Ir</i>	0,02 – 0,49	0,70 С	0,35 С
	0,5 – 0,99	0,64 С	0,32 С

Примечание - Погрешности для *Ru, Rh, Ir* взяты из погрешности для *Pt*

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 7, гр.4.

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

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 рабочим 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  $K$  вычисляют по формуле:

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

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

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

Необходимо строго соблюдать величину навески пробы, объем раствора и аликвотной части в соответствии с таблицей 4. Пробы после обжига следует вынимать из муфельной печи охлажденными. Содержание благородных металлов следует определять по способу ограничивающих растворов, если определяют высокие концентрации или требуется более высокая точность определения.

Приемочный контроль партии выполняют в соответствии с ОСТ 41-08-214-04 [7] и правильность результатов контролируют в соответствии с ОСТ 41-08-262-86 [8].

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 ГОСТ12.1.019.

12.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ12.0.004.

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 анализатора должны быть заземлены.

12.6. При пользовании кислотами, приготовлении градуировочных растворов, растворов реактивов следует руководствоваться общими правилами работы в химико-аналитических лабораториях [4].

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

12.8. Приготовленные градуировочные растворы и образцы должны храниться в химической посуде с притертыми пробками.

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

12.10. Графитовая печь должна размещаться под вытяжным зонтом.

12.11. Должны выполняться правила обращения с газами, находящимися в баллонах под давлением, поскольку в работе используется аргон.

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

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Бажов А.С., Зекка Л.Н., Клименкова Н.Б. Атомно-абсорбционное определение низких содержаний золота с использованием импульсного вольфрамового атомизатора. Журн. аналит. химии, т. 41, 1986 г.

2. Кубракова И.В., Варшал Г.М., Мясоедова Г.В., Антакольская И.В., Шемарыкина Т.П. Определение платиновых металлов в природных объектах электротермической атомизацией суспензии сорбента. В кн. «Методы концентрирования и определения благородных металлов». М., Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского АН СССР, 1986 г.

3. Столярова И.А., Филатова М.П. Атомно-абсорбционный спектрометрический анализ. В кн. «Физические и физико-химические методы анализа при геохимических исследованиях». Л., Недра, Труды ВСЕГЕИ, Новая серия, т.338, 263 с. 1986 г.

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

5. Свидетельство на комплект стандартных образцов сплава меди с благородными металлами. Красноярск, 1977

6. ОСТ 41-08-249-85 «Управление качеством аналитической работы. Подготовка проб и организация выполнения количественного анализа в лабораториях Мингео СССР. Общие требования». М., 1985.

7. ОСТ 41-08-214-04. Управление качеством аналитических работ. Внутренний лабораторный контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа.

8. ОСТ 41-08-262-86. Управление качеством аналитической работы. «Внутрилабораторный контроль правильности результатов рядовых количественных анализов твердых негорючих полезных ископаемых и продуктов их переработки».

9. 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.

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

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

Аккредитованная метрологическая служба, аттестат рег. № 01.00115-01

**СВИДЕТЕЛЬСТВО № 430**

*об аттестации методики количественного химического анализа  
№ 430-Х*

*Методика количественного химического анализа: Определение золота, платины, палладия, родия, иридия, рутения в породах разнообразного состава методом атомной абсорбции с электротермической атомизацией*

*разработана* Всероссийским научно-исследовательским геологическим институтом им. А.П.Карпенко (ВСЕГЕИ).

*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  $P=0,95$ .

Элемент	Диапазон измерений мг/кг	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), $\Delta$
		мг/кг
<i>Au</i>	0,002 – 0,99	0,59 С
<i>Pd</i>	0,005 – 0,49	0,54 С
	0,5 – 0,99	0,48 С
<i>Pt, Ru, Rh, Ir</i>	0,02 – 0,49	0,59 С
	0,5 – 0,99	0,54 С

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

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

Элемент	Диапазон измерений, мг/кг	Значения нормативов (пределов) (для двух результатов измерений $m=2$ ), мг/кг	
		внутрилабораторного контроля, $P=0,90$	внешнего контроля, $P=0,95$
<i>Au</i>	0,002 – 0,99	0,70 С	0,83 С
<i>Pd</i>	0,005 – 0,49	0,64 С	0,76 С
	0,5 – 0,99	0,57 С	0,68 С
<i>Pt, Ru, Rh, Ir</i>	0,02 – 0,49	0,70 С	0,83 С
	0,5 – 0,99	0,64 С	0,76 С

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

Элемент	Диапазон измерений, мг/кг	Норматив внутрилабораторного контроля погрешности, К, мг/кг ( $P=0,90$ )	Норматив внешнего контроля погрешности, К, мг/кг ( $P=0,95$ )
<i>Au</i>	0,002 – 0,99	0,50 С	0,59 С
<i>Pd</i>	0,005 – 0,49	0,46 С	0,54 С
	0,5 – 0,99	0,40 С	0,48 С
<i>Pt, Ru, Rh, Ir</i>	0,02 – 0,49	0,50 С	0,59 С
	0,5 – 0,99	0,46 С	0,54 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» октября 2005 г.

Срок действия до: «27» октября 2010 г.

УТВЕРЖДЕНО

Заместитель Генерального директора  
ФГУП ВИМС



Рогожин А.А.