МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО НЕДРОПОЛЬЗОВАНИЮ

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

Научный совет по аналитическим методам

Спектральные методы
Методика № 487 - ХС

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАТРИЯ, МАГНИЯ, АЛЮМИНИЯ, КРЕМНИЯ, ФОСФОРА, КАЛИЯ, КАЛЬЦИЯ, ТИТАНА, МАРГАНЦА И ЖЕЛЕЗА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ АТОМНО-ЭМИССИОННЫМ МЕТОДОМ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

(редакция 2010 года с изменением № 1 от 27.05.2015 г.)

Отраслевая методика III категории точности

Москва, 2010

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО НЕДРОПОЛЬЗОВАНИЮ

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

Научный совет по аналитическим методам

Спектральные методы
Методика № 487 - ХС

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАТРИЯ, МАГНИЯ, АЛЮМИНИЯ, КРЕМНИЯ, ФОСФОРА, КАЛИЯ, КАЛЬЦИЯ, ТИТАНА, МАРГАНЦА И ЖЕЛЕЗА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ АТОМНО-ЭМИССИОННЫМ МЕТОДОМ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

(редакция 2010 года с изменением № 1 от 27.05.2015 г.)

Отраслевая методика III категории точности

Москва, 2010

№ 487-ХС	ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАТРИЯ, МАГНИЯ, АЛЮМИНИЯ, КРЕМНИЯ, ФОСФОРА, КАЛИЯ, КАЛЬЦИЯ, ТИТАНА, МАРГАНЦА И ЖЕЛЕЗА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ АТОМНО-ЭМИССИОННЫМ МЕТОДОМ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ
РАЗРАБОТАНА:	ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М.Федоровского» (ФГУП «ВИМС»)
ИСПОЛНИТЕЛИ:	Симаков В.А., Жук С.В., Земцова Л.И.
РАССМОТРЕНА И РЕКОМЕНДОВАНА К УТВЕРЖДЕНИЮ:	Научным советом по аналитическим методам (НСАМ) (протокол № 85 от 20.11.2002 г.)
ДОПОЛНЕНА И АКТУАЛИЗИРОВАНА:	Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М. Федоровского» (ФГУП «ВИМС»)
УТВЕРЖДЕНА:	Федеральным научно-методическим центром лабораторных исследований и сертификации минерального сырья «ВИМС» МПР России

Руководитель
ФНМЦ «ВИМС» А.А. Рогожин

Методика аттестована метрологической службой ФГУП «ВИМС» в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 и ОСТ 41-08-205-04.

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

Главный метролог
ФГБУ «ВИМС» М.И. Лебедева

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДИКИ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа силикатных и карбонатных горных пород, почв, донных отложений, илов для определения в них массовой доли натрия, калия, магния, кальция, кремния, алюминия, титана, железа, марганца, фосфора атомно-эмиссионным методом с индуктивно связанной плазмой.

В таблице 1 представлены диапазоны измерений массовых долей, % элементов и их оксидов.

Таблица 1 – Диапазоны измерений определяемых элементов и их оксидов

Элемент	Диапазон измерений, массовая доля, %	Оксид элемента	Диапазон измерений, массовая доля, %
Na	0,74-7,5	Na_2O	1,0-10,0
K	0,083-8,4	K_2O	0,1-10,0
Mg	0,060-30,0	MgO	0,1-50,0
Ca	0,070-28,0	CaO	0,1-40,0
Si	9,3-46,5	SiO_2	20,0-99,5
Al	0,10-32,0	Al_2O_3	0,2-60,0
Ti	0,006-6,0	TiO_2	0,01-10,0
Fe	0,35-28,0	Fe_2O_3	0,5-40,0
Mn	0,010-0,50	MnO	0,01-0,50
P	0,004-0,90	P_2O_5	0,01-2,0

2 ХАРАКТЕРИСТИКА ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Границы суммарной погрешности результата измерений массовой доли определяемых элементов в горных породах, объектах окружающей среды приведены в таблице 2.

Указанные в таблице 2 погрешности соответствуют требованиям к погрешности измерений, установленным ОСТ 41-08-212-04, ГОСТ 17.4.3.03-85 и принятым в МПР России.

Таблица 2 – Границы суммарной погрешности

Диапазон измерений определяемых элементов и их оксидов, массовая доля, %	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, массовая доля, %		Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, массовая доля, %		Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95), ±Δ, массовая доля, %	
	Элемент	Оксид	Элемент	Оксид	Элемент	Оксид
1	2	3	4	5	6	7
НАТРИЙ						
От 0,74 до 1,0 вкл.	0,06 С	-	0,11 С	-	0,22 С	-
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,05 С	0,05 С	0,091 С	0,10 С	0,18 С	0,20 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,03 С	0,04 С	0,068 С	0,08 С	0,13 С	0,16 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,045 С	0,055 С	0,09 С	0,11 С
МАГНИЙ						
От 0,060 до 0,10 вкл.	0,12 С	-	0,23 С	-	0,45 С	-
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,09 С	0,11 С	0,17 С	0,22 С	0,33 С	0,43 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,06 С	0,08 С	0,12 С	0,16 С	0,24 С	0,31 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,05 С	0,06 С	0,09 С	0,12 С	0,18 С	0,24 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,04 С	0,05 С	0,07 С	0,09 С	0,14 С	0,18 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,025 С	0,033 С	0,05 С	0,065 С	0,10 С	0,13 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,017 С	0,024 С	0,034 С	0,048 С	0,07 С	0,09 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,012 С	0,017 С	0,024 С	0,034 С	0,05 С	0,07 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,007 С	0,013 С	0,014 С	0,025 С	0,03 С	0,05 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	-	0,010 С	-	0,019 С	-	0,04 С
св 40,0 до 50,0 вкл.	-	0,009 С	-	0,017 С	-	0,03 С
АЛЮМИНИЙ						
От 0,10 до 0,20 вкл.	0,09 С	-	0,18 С	-	0,35 С	-
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,07 С	0,09 С	0,14 С	0,18 С	0,27 С	0,35 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,11 С	0,14 С	0,22 С	0,27 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,04 С	0,06 С	0,085 С	0,11 С	0,17 С	0,22 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,03 С	0,04 С	0,06 С	0,085 С	0,12 С	0,17 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,041 С	0,065 С	0,08 С	0,13 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,01 С	0,02 С	0,025 С	0,038 С	0,05 С	0,07 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,009 С	0,013 С	0,017 С	0,026 С	0,033 С	0,05 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	0,007 С	0,010 С	0,013 С	0,020 С	0,025 С	0,04 С
св 40,0 до 50,0 вкл.	-	0,008 С	-	0,016 С	-	0,031 С
св 50,0 до 60,0 вкл.	-	0,007 С	-	0,014 С	-	0,027 С

1	2	3	4	5	6	7
КРЕМНИЙ						
От 9,3 до 10,0 вкл.	0,016 С	-	0,032 С	-	0,063 С	-
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,008 С	-	0,016 С	-	0,031 С	-
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,005 С	0,010 С	0,010 С	0,019 С	0,020 С	0,037 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	0,004 С	0,007 С	0,007 С	0,013 С	0,014 С	0,025 С
св 40,0 до 50,0 вкл.	0,003 С	0,005 С	0,005 С	0,010 С	0,010 С	0,020 С
св 50,0 до 60,0 вкл.	-	0,004 С	-	0,008 С	-	0,016 С
св 60,0 до 99,5 вкл.	-	0,004 С	-	0,007 С	-	0,014 С
ФОСФОР						
От 0,004 до 0,005 вкл.	0,13 С	-	0,25 С	-	0,49 С	-
св 0,0050 до 0,01 вкл.	0,10 С	-	0,19 С	-	0,37 С	-
св 0,01 до 0,02 вкл.	0,08 С	0,10 С	0,15 С	0,19 С	0,29 С	0,37 С
св 0,02 до 0,05 вкл.	0,06 С	0,08 С	0,12 С	0,15 С	0,24 С	0,29 С
св 0,050 до 0,10 вкл.	0,05 С	0,06 С	0,09 С	0,12 С	0,18 С	0,24 С
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,04 С	0,05 С	0,075 С	0,095 С	0,15 С	0,19 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,03 С	0,04 С	0,057 С	0,075 С	0,11 С	0,15 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,045 С	0,060 С	0,09 С	0,12 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	-	0,02 С	-	0,048 С	-	0,09 С
КАЛИЙ						
От 0,083 до 0,10 вкл.	0,11 С	-	0,21 С	-	0,41 С	-
От 0,10 до 0,20 вкл.	0,09 С	0,10 С	0,17 С	0,19 С	0,33 С	0,37 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,07 С	0,08 С	0,14 С	0,15 С	0,27 С	0,29 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,11 С	0,13 С	0,22 С	0,25 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,05 С	0,05 С	0,09 С	0,105 С	0,18 С	0,21 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,04 С	0,04 С	0,07 С	0,080 С	0,14 С	0,16 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,046 С	0,054 С	0,09 С	0,11 С
КАЛЬЦИЙ						
От 0,07 до 0,10 вкл.	0,12 С	-	0,24 С	-	0,47 С	-
От 0,10 до 0,20 вкл.	0,09 С	0,11 С	0,18 С	0,22 С	0,35 С	0,43 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,07 С	0,08 С	0,13 С	0,16 С	0,25 С	0,31 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,05 С	0,06 С	0,10 С	0,12 С	0,20 С	0,24 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,04 С	0,05 С	0,08 С	0,095 С	0,16 С	0,19 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,03 С	0,04 С	0,058 С	0,070 С	0,11 С	0,14 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,042 С	0,052 С	0,08 С	0,10 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,013 С	0,017 С	0,026 С	0,033 С	0,05 С	0,06 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,009 С	0,012 С	0,018 С	0,023 С	0,04 С	0,05 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	-	0,009 С	-	0,017 С	-	0,03 С

1	2	3	4	5	6	7
ТИТАН						
От 0,006 до 0,010 вкл.	0,14 С	-	0,28 С	-	0,55 С	-
св 0,01 до 0,02 вкл.	0,12 С	0,14 С	0,23 С	0,28 С	0,45 С	0,55 С
св 0,02 до 0,05 вкл.	0,09 С	0,11 С	0,18 С	0,22 С	0,35 С	0,43 С
св 0,050 до 0,10 вкл.	0,07 С	0,09 С	0,14 С	0,17 С	0,27 С	0,33 С
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,12 С	0,14 С	0,24 С	0,27 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,05 С	0,06 С	0,09 С	0,11 С	0,18 С	0,22 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,04 С	0,05 С	0,073 С	0,09 С	0,14 С	0,18 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,03 С	0,04 С	0,062 С	0,07 С	0,12 С	0,14 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,040 С	0,055 С	0,08 С	0,11 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,01 С	0,02 С	0,025 С	0,035 С	0,05 С	0,07 С
МАРГАНЕЦ						
От 0,01 до 0,02 вкл.	0,12 С	0,14 С	0,24 С	0,27 С	0,47 С	0,53 С
св 0,02 до 0,05 вкл.	0,10 С	0,12 С	0,20 С	0,23 С	0,39 С	0,45 С
св 0,050 до 0,10 вкл.	0,09 С	0,10 С	0,17 С	0,20 С	0,33 С	0,39 С
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,12 С	0,14 С	0,24 С	0,27 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,04 С	0,05 С	0,08 С	0,10 С	0,16 С	0,20 С
ЖЕЛЕЗО						
От 0,35 до 0,50 вкл.	0,08 С	-	0,15 С	-	0,29 С	-
От 0,50 до 1,0 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,11 С	0,13 С	0,22 С	0,26 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,05 С	0,05 С	0,09 С	0,10 С	0,18 С	0,20 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,03 С	0,04 С	0,056 С	0,07 С	0,11 С	0,14 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,02 С	0,02 С	0,030 С	0,043 С	0,06 С	0,08 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,008 С	0,01 С	0,016 С	0,021 С	0,03 С	0,04 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,005 С	0,007 С	0,010 С	0,014 С	0,02 С	0,03 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	-	0,006 С	-	0,011 С	-	0,02 С

Примечание:

Диапазоны определяемых элементов и их оксиды в соответствии с таблицей 1.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

При выполнении анализа применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы.

3.1 Средства измерений

- Атомно-эмиссионный эшелле-спектрометр с индуктивно-связанной плазмой Optima 4300DV фирмы Perkin Elmer, охватывающий спектральный диапазон от 165 до 782 нм, с разрешением 0,006 нм на длине волны 200 нм.
- Колбы мерные 1 – 50 (100, 500, 1000) – 2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки 2-2-5 (10, 25) по ГОСТ 29169-91.
- Цилиндры мерные 1 – 5 (10, 100) по ГОСТ 1770-74.
- Весы аналитические лабораторные CPA 324S, I (специального) класса точности с дискретностью 0,1 мг по ГОСТ Р 53228-2008.
- Весы лабораторные CPA 6202 S, II (высокого) класса точности с дискретностью 10 мг по ГОСТ Р 53228-2008.

3.2 Вспомогательное оборудование, посуда

- Муфельная печь камерная лабораторная с регулируемой температурой нагрева не ниже 1000°С СНОЛ-1,6.2,5.1/11по ТУ 16-531.704-81.
- Электрическая плитка с закрытой спиралью и регулируемой мощностью по ГОСТ 14919.
- Мешалка магнитная типа ММ-5 по ТУ 25-11.834-80.
- Баллон с аргоном, снабженный редуктором по ГОСТ 10157-79.
- Баллон с азотом, снабженный редуктором по ГОСТ 9293-74.
- Стаканы полиэтиленовые на 100 см^3.

- Тигли платиновые № 100-3 с крышкой по ГОСТ 6563-75.
- Чашки фарфоровые диаметром 120 мм по ГОСТ 9147-80.

3.3 Стандартные образцы состава

- Стандартные образцы состава (МСО, ГСО и ОСО) с аттестованными значениями массовой доли определяемых элементов, установленными с погрешностью аттестации незначимой по сравнению с методикой (таблица 2). МСО, ГСО и ОСО должны быть близкими к составу и содержанию элементов к анализируемым пробам.

3.4 Реактивы и материалы

- Азотная кислота, осч 27-5 по ГОСТ 11125-84.
- Соляная кислота, осч по ГОСТ 14261-77.
- Борная кислота, осч по ТУ 6-09-597-82.
- Лития карбонат, осч по ТУ 6-09-4757-84.
- Скандия оксид (III), осч по ТУ 95.148-77.
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

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

4 МЕТОД АНАЛИЗА

Методика атомно-эмиссионного с индуктивно связанной плазмой определения натрия, магния, алюминия, кремния, фосфора, калия, кальция, титана, марганца и железа заключается в разложении анализируемого материала, переведении его в

раствор, введении полученного раствора в виде аэрозоля в индуктивно связанную плазму (ИСП) и измерении интенсивности аналитической спектральной линии определяемых элементов фотоэлектрическим методом.

ИСП является одним из наиболее универсальных аналитических источников света. Благодаря высокой температуре в аналитической зоне возможно эффективно возбуждать как легкоионизируемые, так и элементы с высоким потенциалом возбуждения. В ИСП можно анализировать как большие массы растворов, подавая их в горелку непрерывным потоком, так и микрообъемы при их импульсном введении в транспортирующий газ и импульсной регистрации их спектров. Диапазон определяемых концентраций для большинства элементов составляет 4-6 порядков.

По этой же причине градуировочные характеристики для многих аналитических линий элементов, как правило, прямолинейны.

Это в ряде случаев упрощает градуировку и снижает вероятность появления больших систематических погрешностей анализа.

Важной положительной особенностью ИСП является низкий уровень фонового излучения и его флуктуаций, который в сочетании с практическим отсутствием самопоглощения излучаемых спектральных линий и малым межэлементным влиянием позволяет достигать весьма низких пределов обнаружения большого числа элементов.

Достигаемые пределы обнаружения элементов, концентрационный диапазон и воспроизводимость результатов определений зависят от характеристик применяемых установок (горелки, ВЧ-генератора, устройства ввода пробы, спектральной и регистрирующей аппаратуры и др.) и способа наблюдения излучения [1,2].

На интенсивность аналитического спектра и фона плазмы оказывает влияние состав газа-носителя и анализируемого аэрозоля, плазмообразующего и охлаждающего газа, скорость потока газа, мощность ВЧ-генератора, местоположение аналитической зоны. Кроме того, оказывают влияние физические

характеристики (вязкость, поверхностное натяжение) и химический состав анализируемых растворов (анионный и катионный эффект).

Наибольшее и менее контролируемое влияние на результаты анализа оказывает эффект матрицы. Для учета нестабильных условий анализа используют внутренний стандарт – элемент сравнения [3], который прибавляют в каждую пробу перед введением раствора пробы в плазму. В качестве внутреннего стандарта используют раствор скандия в 0,7М соляной кислоте.

Для анализа используют эшелле-спектрометр «Optima 4300» с двумя детекторами. УФ-детектор охватывает ультрафиолетовый диапазон от 165 до 403 нм. Детектор видимой области охватывает диапазон от 404 до 782 нм. Оптическая схема спектрометра объединяет эшелле-полихроматор и полупроводниковый детектор в интегрированную систему. Эшелле-полихроматор формирует компактный двумерный спектр, который фокусируется на полупроводниковый детектор с зарядовой связью с сегментированной матрицей. Детектор состоит из 235 линейных подмассивов, состоящих из элементов изображения (пикселей). Каждый подмассив содержит от 8 до 40 пикселей. Разрешение системы составляет 0.006 нм на длине волны 200 нм. Эшелле-решетка, размером 80 на 160 мм (79 линий на мм) и углом блеска 63.6 град. Диспергатором для УФ-диапазона является решетка (374 линии/мм) с коррекцией по Шмидту на поверхности. Коррекция по Шмидту производит коррекцию аберрации для сферы камеры радиусом 400 мм. Диспергатор для видимого диапазона представляет собой 60-градусную призму. Индуктивно-связанная плазма возбуждается на частоте 40 мГЦ твердотельным радиочастотным генератором со свободной генерацией, выходной мощностью от 0,75 до 1,5 кВТ. Плазмообразующим, охлаждающим и распыляющим раствор газом является аргон, общий расход которого составляет до 20 дм^3/мин. Для продувки оптики спектрометра используют азот с расходом от 1 до 5 дм^3/мин.

Управление работой спектрометра и обработка аналитических данных осуществляется ПК DELL OptiPlex GX110 с использованием штатного программного обеспечения спектрометра WinLab32. Для каждой партии проб

проводят (при необходимости) коррекцию положения точек фона и проверку появления спектральных линий в области точек измерения фона и аналитических линий. Если для определяемого элемента возможно использование нескольких аналитических линий, то совпадение содержаний определяемого элемента, рассчитанных для разных аналитических линий, свидетельствует об отсутствии спектральных помех. Выбор точек коррекции фона проводят на наиболее типичных пробах путем измерения интенсивности фонового сигнала с одной или двух сторон измеряемого спектрального пика аналитической линии элемента. Следует избегать выбора точек коррекции фона для определяемого элемента в области, в которой возможно появление спектральных линий других элементов.

Таблица 3 – Аналитические линии и точки фоновой коррекции

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Количество точек фоновой коррекции	Длина волны точек фоновой коррекции, нм
Na	589.592	2	589.492; 589.679
	330.230	1	330.469
Mg	285.213	1	285.159
	279.077	2	279.041; 279.126
Al	396.153	1	369.116
	394.401	2	394.375; 394.442
	237.313	1	237.295
Si	212.412	1	212.447
	288.158	1	288.114
	251.611	2	251.590; 251.657
P	213.617	1	213.654
	214.914	1	214.930
	178.221	1	178.213
K	766.493	2	766.379; 766.606
Ca	315.887	1	315.925
	317.933	1	317.869
Ti	337.279	1	337.322
	334.940	1	334.849
Mn	257.610	1	257.556
	260.568	1	260.520
Fe	238.204	1	238.250
	259.939	1	259.964
	273.955	1	274.014
Sc	361.383	2	361.35; 361.416

Анализируемый образец переводят в раствор путем щелочного сплавления пробы с флюсом в соотношении 1:2,5. В качестве флюса используют смесь карбоната лития и борной кислоты в соотношении, соответствующем содержанию лития и бора в метаборате лития. При использовании малых навесок для сплавления достаточно небольшое количество флюса, что крайне важно для плазменного анализа, так как высокое содержание солей в растворе приводит к осаждению их в распылителе и плазменной горелке [3].

Низкий уровень взаимных влияний в ИСП и анализ сильно разбавленных по отношению к исходной пробе растворов (в 5000 раз) обеспечивает отсутствие влияния состава проб на результаты определения породообразующих элементов. Поэтому, при анализе горных пород, почв, донных отложений, илов для градуировки прибора используют единую шкалу градуировочных растворов, приготовленную из стандартных образцов состава анализируемых объектов. Зависимость аналитического сигнала от состава и концентрации кислоты и флюса требует постоянства анализируемых и градуировочных растворов по фоновому составу, который содержит 0.5 мг/см^3 метабората лития (образующегося после сплавления карбоната лития и борной кислоты) и 0.7 М соляную кислоту.

Градуировку прибора проводят по восьми градуировочным растворам. Правильность составления и ввода программы проверяют анализом стандартных образцов состава анализируемых объектов. Результаты анализа считывают в массовых долях содержания компонентов в пробе.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении анализа следует соблюдать требования электро-безопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Работы с источниками

ионизирующих излучений проводятся в соответствии с требованиями СанПиН 2.6.1.2523-09 и ОСП-72/87.

При выполнении анализа необходимо соблюдать меры безопасности, предусмотренные в Инструкции по технике безопасности при лабораторных работах и руководстве по эксплуатации приборов.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению анализа и обработке их результатов допускают лиц, имеющих высшее или среднее техническое образование, опыт работы в аналитической лаборатории. Специалист должен пройти соответствующий инструктаж, освоить метод.

Перед выполнением анализа оператор проводит оперативный контроль процедуры анализа в соответствии с ОСТ 41-08-214-04.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

При подготовке к выполнению измерений и при их проведении необходимо соблюдать следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	20±2;
атмосферное давление, кПа (мм. рт. ст.)	101±4 (760±30);
относительная влажность воздуха, %	65±15;
напряжение в сети, В	220±22;
частота переменного тока, Гц	50±1.

8 ОТБОР, ПОДГОТОВКА И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб горных пород осуществляется по действующим у заказчика нормативным документам.

Отбор проб почвы осуществляют по ГОСТ 17.4.3.01-83, ГОСТ 17.4.4.02-84 и ГОСТ 28168-89, донных отложений по ПНД Ф 12.1:2:2.2:2.3.2-2003.

Отбор проб илов осуществляется по действующим у заказчика нормативным документам.

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

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ АНАЛИЗА

При подготовке к выполнению анализа проводят следующие работы:

9.1 Подготовка прибора к работе

Подготовку атомно-эмиссионного спектрометра с ИСП к работе и оптимизацию условий измерения производят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Прибор должен быть поверен.

9.2 Приготовление вспомогательных растворов

9.2.1 Азотная кислота, разбавленная 1:1

К объему дистиллированной воды приливают равный объем азотной кислоты, перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.2 Соляная кислота, разбавленная 1:1

К объему дистиллированной воды приливают равный объем соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.3 Соляная кислота с молярной концентрацией 0,7 моль/дм^3 (0,7 М)

В мерную колбу на 1000 см^3 наливают небольшое количество дистиллированной воды, затем осторожно приливают 58 см^3 соляной кислоты и

доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.4 Смесь азотной и соляной кислот 1:3 (царская водка), свежеприготовленная. Хранению не подлежит.

9.2.5 Смесь карбоната лития и борной кислоты

1,3 массовых частей карбоната лития и 12,4 массовых частей борной кислоты истирают в фарфоровой чашке. Полученную смесь тщательно перемешивают в полиэтиленовой банке с завинчивающейся крышкой до однородного состояния. Срок хранения один год.

9.2.6 Раствор, содержащий 1 мг скандия в 1 $см^3$

Навеску оксида скандия (III) массой 1,534 г растворяют при нагревании в царской водке, раствор упаривают досуха. Остаток смачивают 50 $см^3$ воды, добавляют 100 $см^3$ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения скандия и переносят в мерную колбу 1$дм^3$, после охлаждения доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в темном месте. Срок хранения один год.

9.3 Построение градуировочных характеристик

Градуировочные характеристики строят по растворам, приготовленным по п. 10 из стандартных образцов горных пород и других природных материалов (ГСО), близким по составу и массовой доли определяемых компонентов к анализируемым пробам, или из аттестованных смесей, приготовленных на основе ГСО. Градуировочные характеристики строят в координатах: массовая доля (C_i) определяемого элемента в пробе - отношение интенсивности аналитической линии определяемого элемента к интенсивности линии сравнения (аналитическая линия

скандия, Jr_i). При выбранных условиях анализа градуировочные характеристики линейны.

9.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят одновременно с измерением анализируемых растворов. Средствами контроля являются приготовленные растворы для градуировки (не менее двух растворов, отвечающих по концентрации определяемого элемента приблизительно началу и концу градуировочной характеристики).

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

$$|C - C_o| \leq 0{,}065 \cdot C_o,$$

где C - результат контрольного анализа массового содержания определяемого элемента в образце для градуировки;

C_0 - аттестованное значение содержания определяемого элемента в образце для градуировки.

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

Если градуировочная характеристика не стабильна, выясняют причины ее нестабильности. После устранения несоответствий готовят новые градуировочные растворы, по которым строят новую градуировочную характеристику.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

При выполнении анализа силикатных и карбонатных горных пород почв, донных отложений, илов для определения в них массовой доли натрия, калия, магния, кальция, кремния, алюминия, титана, железа, марганца, фосфора выполняют следующие операции:

Навеску пробы массой 0,0200 г, истертой до крупности не более 0,044 мм, и 0,10 г флюса (смесь карбоната лития и борной кислоты) помещают в платиновый тигель и перемешивают стеклянной палочкой [4]. Накрывают тигель крышкой и помещают в нагретую до 970±20°С муфельную печь. Через 20 минут вынимают тигель с плавом из печи, снимают крышку и плав вращательным движением распределяют по стенкам тигля. Остывший тигель помещают в полиэтиленовый стакан на 100 $см^3$, наливают в тигель горячей (60-70°С) 0,7 М соляной кислоты (50 $см^3$), оставляют на ночь или опускают в тигель маленький магнитный стержень, и перемешивают магнитной мешалкой до полного растворения плава. Если плав не растворился, в тигель вливают новую порцию горячей 0,7М соляной кислоты и продолжают перемешивать. Остывший раствор переносят в мерную колбу на 100 $см^3$, в которую предварительно добавляют 5 $см^3$ раствора скандия, обмывают стакан, тигель и крышку 0,7М раствором соляной кислоты и тем же раствором доводят до метки и перемешивают. Одновременно с анализом проб ведут "контрольный" опыт (0,7 М раствор HCl с добавлением такого же количества скандия, что и для анализируемых проб).

Включают ИСП-спектрометр в соответствии с инструкцией по его эксплуатации. Проводят измерения интенсивностей спектральных линий от соответствующих растворов в следующей последовательности: контрольная проба (0,7 М раствор соляной кислоты с добавкой того же количества скандия, что для анализируемых проб), образцы сравнения для оценки стабильности градуировочных характеристик (ОС), до 30 анализируемых проб, ОС, контрольная проба и т.д. Для

каждого раствора выполняют по три измерения и вычисляют среднее арифметическое значение, которое является результатом единичного определения. С использованием известных коэффициентов по формуле (1) рассчитывают массовую долю определяемого элемента в образцах сравнения и анализируемых пробах. По результатам определения массовой доли элемента в образцах сравнения оценивают стабильность градуировочных характеристик в соответствии с п. 9.5.

С каждой партией проб анализируют "контрольную" пробу, а также пробы 0,7 М соляной кислоты и дистиллированной воды, использовавшихся в приготовлении растворов анализируемых проб. Эти измерения необходимы для облегчения диагностики причин возникающих погрешностей.

11 ОБРАБОТКА И ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Вычисление результатов анализа при определении содержания натрия, магния, алюминия, кремния, фосфора, калия, кальция, титана, марганца, железа выполняют следующие операции

11.1 Массовую долю оксидов элемента в пробе (C_i, %) рассчитывают по формуле:

$$C_i = A_i I_{ri} + B_i, \qquad (1)$$

где I_{ri} - отношение интенсивности аналитической линии определяемого элемента к интенсивности линии сравнения (аналитической линии скандия), измеренные от одного раствора;

C_i - массовая доля определяемого элемента в исходной пробе.

Коэффициенты линейной зависимости (A_i, B_i) находят методом наименьших квадратов.

Если результат анализа необходимо пересчитать с оксида элемента на элемент, то полученное значение массовой доли оксида элемента умножают на коэффициент пересчета K_2 (таблица 4).

Таблица 4 – Коэффициенты пересчета оксида определяемого элемента в элемент

	Коэффициент пересчета, K_2
Na/Na_2O	0,742
K/K_2O	0,830
Mg/MgO	0,603
Ca/CaO	0,715
Si/SiO_2	0,467
Al/Al_2O_3	0,529
Ti/TiO_2	0,600
Fe/Fe_2O_3	0,699
Mn/MnO	0,774
P/P_2O_5	0,436

11.2 За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения предела повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 5.

11.3 Расхождения между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должны превышать предела воспроизводимости $R = 2{,}77\sigma_R$. Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений не превышает R, эти результаты анализа считают согласующимися, и в качестве окончательного результата может использоваться их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости указаны в таблице 5. Если предел воспроизводимости R превышен, выясняют причины этого превышения (ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 5.3).

Таблица 5 – Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений определяемых элементов и их оксидов, массовая доля, %	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r, массовая доля, %		Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа), R, массовая доля, %	
	Элемент	Оксид	Элемент	Оксид
1	2	3	4	5
НАТРИЙ				
От 0,74 до 1,0 вкл.	0,15 С	-	0,30 С	-
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,13 С	0,14 С	0,25 С	0,28 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,09 С	0,11 С	0,19 С	0,22 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,06 С	0,08 С	0,12 С	0,15 С
МАГНИЙ				
От 0,060 до 0,10 вкл.	0,32 С	-	0,64 С	-
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,24 С	0,30 С	0,47 С	0,61 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,17 С	0,22 С	0,33 С	0,44 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,12 С	0,17 С	0,25 С	0,33 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,10 С	0,12 С	0,19 С	0,25 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,07 С	0,09 С	0,14 С	0,18 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,05 С	0,07 С	0,09 С	0,13 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,03 С	0,05 С	0,07 С	0,09 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,04 С	0,07 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	-	0,026 С	-	0,053 С
св 40,0 до 50,0 вкл.	-	0,024 С	-	0,047 С
АЛЮМИНИЙ				
От 0,10 до 0,20 вкл.	0,25 С	-	0,50 С	-
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,19 С	0,25 С	0,39 С	0,50 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,15 С	0,19 С	0,30 С	0,39 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,12 С	0,15 С	0,24 С	0,30 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,08 С	0,12 С	0,17 С	0,24 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,06 С	0,09 С	0,11 С	0,18 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,03 С	0,05 С	0,07 С	0,11 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,024 С	0,04 С	0,05 С	0,07 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	0,018 С	0,03 С	0,04 С	0,06 С
св 40,0 до 50,0 вкл.	-	0,022 С	-	0,044 С
св 50,0 до 60,0 вкл.	-	0,019 С	-	0,039 С
КРЕМНИЙ				
От 9,3 до 10,0 вкл.	0,044 С	-	0,089 С	-
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,022 С	-	0,044 С	-
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,014 С	0,026 С	0,028 С	0,053 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	0,010 С	0,018 С	0,019 С	0,036 С
св 40,0 до 50,0 вкл.	0,007 С	0,014 С	0,014 С	0,028 С
св 50,0 до 60,0 вкл.	-	0,011 С	-	0,022 С
св 60,0 до 99,5 вкл.	-	0,010 С	-	0,019 С

1	2	3	4	5
ФОСФОР				
От 0,004 до 0,005 вкл.	0,35 С	-	0,69 С	-
св 0,0050 до 0,01 вкл.	0,26 С	-	0,53 С	-
От 0,01 до 0,02 вкл.	0,21 С	0,26 С	0,42 С	0,53 С
св 0,02 до 0,05 вкл.	0,17 С	0,21 С	0,33 С	0,42 С
св 0,050 до 0,10 вкл.	0,12 С	0,17 С	0,25 С	0,33 С
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,10 С	0,13 С	0,21 С	0,26 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,08 С	0,10 С	0,16 С	0,21 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,06 С	0,08 С	0,12 С	0,17 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	-	0,07 С	-	0,13 С
КАЛИЙ				
От 0,083 до 0,10 вкл.	0,29 С	-	0,58 С	-
От 0,10 до 0,20 вкл.	0,24 С	0,26 С	0,47 С	0,53 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,19 С	0,21 С	0,39 С	0,42 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,15 С	0,18 С	0,30 С	0,36 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,12 С	0,15 С	0,25 С	0,29 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,10 С	0,11 С	0,19 С	0,22 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,13 С	0,15 С
КАЛЬЦИЙ				
От 0,07 до 0,10 вкл.	0,33 С	-	0,66 С	-
От 0,10 до 0,20 вкл.	0,25 С	0,30 С	0,50 С	0,61 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,18 С	0,22 С	0,36 С	0,44 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,14 С	0,17 С	0,28 С	0,33 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,11 С	0,13 С	0,22 С	0,26 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,08 С	0,10 С	0,16 С	0,19 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,12 С	0,14 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,04 С	0,05 С	0,07 С	0,09 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,05 С	0,06 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	-	0,02 С	-	0,05 С
ТИТАН				
От 0,006 до 0,010 вкл.	0,39 С	-	0,78 С	-
св 0,01 до 0,02 вкл.	0,32 С	0,39 С	0,64 С	0,78 С
св 0,02 до 0,05 вкл.	0,25 С	0,30 С	0,50 С	0,61 С
св 0,050 до 0,10 вкл.	0,19 С	0,24 С	0,39 С	0,47 С
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,17 С	0,19 С	0,33 С	0,39 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,12 С	0,15 С	0,25 С	0,30 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,10 С	0,12 С	0,20 С	0,25 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,09 С	0,10 С	0,17 С	0,19 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,06 С	0,08 С	0,11 С	0,15 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,03 С	0,05 С	0,07 С	0,10 С

1	2	3	4	5
МАРГАНЕЦ				
От 0,01 до 0,02 вкл.	0,33 С	0,37 С	0,66 С	0,75 С
св 0,02 до 0,05 вкл.	0,28 С	0,32 С	0,55 С	0,64 С
св 0,050 до 0,10 вкл.	0,24 С	0,28 С	0,47 С	0,55 С
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,17 С	0,19 С	0,33 С	0,39 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,11 С	0,14 С	0,22 С	0,28 С
ЖЕЛЕЗО				
От 0,35 до 0,50 вкл.	0,21 С	-	0,42 С	-
От 0,50 до 1,0 вкл.	0,15 С	0,18 С	0,30 С	0,36 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,12 С	0,14 С	0,25 С	0,28 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,08 С	0,10 С	0,16 С	0,19 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,042 С	0,06 С	0,083 С	0,12 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,022 С	0,029 С	0,044 С	0,058 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,014 С	0,019 С	0,028 С	0,039 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	-	0,015 С	-	0,030 С

12 ФОРМА ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$x \text{ и } \Delta,\ P = 0{,}95,$$

где x – массовая доля определяемого элемента в пробе, %;

Δ – показатель точности применяемой методики количественного химического анализа.

Значения Δ приведены в таблице 2. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение характеристики погрешности.

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры) в соответствии с РМГ 76-2004;

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения повторяемости, среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности) в соответствии с РМГ 76-2004.

Для горных пород, руд и продуктов их первичной переработки оперативный контроль исполнителем процедуры анализа и приемочный контроль партии рабочих проб выполняется в соответствии с ОСТ 41-08-214-04.

Для обеспечения достоверности анализа должен выполняться внутрилабораторный контроль правильности в соответствии с ОСТ 41- 08-265-04.

Для контроля систематических расхождений должен выполняться внешний лабораторный контроль по ОСТ 41-08-265-04.

ЛИТЕРАТУРА

1. Петров А.А., Пушкарева Е.А. Корреляционный спектральный анализ веществ, анализ конденсированной фазы., С-Пб. "Химия", 1993.

2. Спектральный анализ чистых веществ. Под ред. д.х.н. Х.И.Зильберштейна. С-Пб. "Химия", 1993.

3. Пантелеева Е.Ю., Гулько Н.И., Лурье В.М. и др. Использование плазмы с индуктивной связью для анализа минерального сырья и металлургических шлаков. Заводская лаборатория, 1981. Т. 47, № 11, с. 33-36.

4. Пятова В.Н., Воронкова М.А., Буткина Т.А. и др. Анализ хромитов. В сб. Методы химического анализа минерального сырья, М., ВИМС, 1977, с. 110.

ИЗМЕНЕНИЕ № 1
НСАМ № 487-ХС «Определение натрия, магния, алюминия, кремния, фосфора, калия, кальция, титана, марганца и железа в горных породах, объектах окружающей среды атомно-эмиссионным методом с индуктивно связанной плазмой»

Дата введения 27.05.2015

Пункт 3.1. информацию о цилиндрах мерных изложить в новой редакции:

«- Цилиндры мерные 1-5 (10, 100) 2 кл. точности, ГОСТ 1770-74.»

Раздел 3. Последний абзац изложить в новой редакции:

«Допускается использование других типов средств измерения, посуды, испытательного и вспомогательного оборудования, стандартных образцов, изготовленных по другой технической документации, с характеристиками не хуже, чем приведенные в п. 3.1-3.3. Все используемые реактивы п. 3.4. должны иметь указанный класс чистоты, допускается использование реактивов, изготовленных по другой технической документации.»

Раздел 5. ГОСТ 12.1.019 заменить на ГОСТ Р 12.1.019; ОСП-72/87 заменить на СП 2.6.1.2612.

Раздел. 7 изложить в новой редакции

«При подготовке к выполнению анализа и при его проведении необходимо соблюдать следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	20±5;
относительная влажность воздуха, %	30 – 80;
напряжение в сети, В	220±22;
частота переменного тока, Гц	50±1.»

Раздел. 8 изложить в новой редакции:

«Отбор проб силикатных и карбонатных горных пород осуществляется в соответствии с требованиями действующих нормативных и инструктивных документов или инструкций заказчика.

Отбор проб почвы осуществляют по ГОСТ 17.4.3.01-83, ГОСТ 17.4.4.02-84 и ГОСТ 28168-89, донных отложений, илов по ПНД Ф 12.1:2:2.2:2.3:3.2-2003.

Подготовку и хранение проб выполняют в соответствии с ОСТ 41-08-249-85.»

Пункт 9.4 второй абзац изложить в новой редакции:

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

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

где C - результат контрольного анализа массового содержания определяемого элемента в образце для градуировки;

C_0 - аттестованное значение содержания определяемого элемента в образце для градуировки;

Δ - значение характеристики погрешности, соответствующее массовому содержанию определяемого элемента в образце для градуировки. Значения Δ приведены в таблице 2.

Пункты 11.2 и 11.3 заменить и изложить в новой редакции:

«**11.2** Если в лабораторию поступила единичная проба и нет возможности выполнить внутренний приемочный контроль партии проб, то анализ выполняют из двух параллельных определений в условиях повторяемости (один метод, исполнитель, оборудование, лаборатория, в пределах короткого промежутка времени) и за окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости

$$|C_1 - C_2| \leq r$$

Значения предела повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 5. Выбор значения r проводят по величине $\overline{C} = \frac{C_1 + C_2}{2}$.

В случае превышения предела повторяемости, получают еще один результат. Абсолютное расхождение между максимальным и минимальным значением массовой доли определяемого элемента не должно превышать предела повторяемости для трех измерений r(3):

$$|C_{max} - C_{min}| \leq r(3) = 3{,}31\sigma_r$$

Если условие выполняется, то за окончательный результат принимают среднее арифметическое значение трех измерений, если не выполняется условие и нет возможности получить еще один результат, то в качестве

окончательного результата используют медиану трех измерений (ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 5.2).

11.3 Если в лабораторию поступила партия проб, за результат анализа проб принимают результат единичного определения массовой концентрации элемента в рабочей пробе при условии положительного внутреннего приемочного контроля партии в соответствии с п. 6 ОСТ 41-08-214-04.

11.4 Проверка приемлемости результатов анализа, полученных в условиях воспроизводимости (разные лаборатории)

Проверку приемлемости результатов анализа, полученных в условиях воспроизводимости (для двух лабораторий) в случае, когда каждая лаборатория получила только один результат, проводят путем сравнения абсолютного расхождения между двумя результатами анализа с пределом воспроизводимости $R = 2{,}77\sigma_R$. Если абсолютное расхождение между результатами двух анализов не превышает R, эти результаты считают согласующимися:

$$|C_1 - C_2| \leq R.$$

Значения предела воспроизводимости указаны в таблице 5. Выбор значения R проводят по величине $\overline{C} = \frac{C_1 + C_2}{2}$.

Если предел воспроизводимости R превышен, выясняют причины этого превышения (ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 5.3) и выполняют повторный анализ.»

Раздел 12. Результат представлять в виде «$x \pm \Delta$», вместо «x и Δ».

Раздел 13. изложить в новой редакции:

«Для силикатных и карбонатных горных пород выполняется:

– оперативный контроль исполнителем процедуры анализа в соответствии с п. 5 ОСТ 41-08-214-04

– приемочный контроль партии рабочих проб в соответствии с п. 6 ОСТ 41-08-214-04

– внутрилабораторный контроль правильности в соответствии с п.п. 5, 6 ОСТ 41- 08-265-04 для обеспечения достоверности анализа

внешний лабораторный контроль в соответствии с п. 7 ОСТ 41-08-265-04 для контроля систематических расхождений.

Контроль качества результатов анализа почв, донных отложений, илов при реализации методики в лаборатории предусматривает несколько видов:

– оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры) в соответствии с РМГ 76-2004;

– контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения повторяемости, среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности) в соответствии с РМГ 76-2004.

13.1. Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа горных пород с применением образцов для контроля

Образцами для контроля точности являются стандартные образцы (МСО, ГСО, ОСО) близкие по составу к анализируемым пробам. Погрешность аттестованного значения стандартного образца должна быть не более одной трети от характеристики погрешности результатов анализа.

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

Точность контрольного определения – C признают удовлетворительной, если:

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

Норматив контроля погрешности (точности) К вычисляют по формуле:

$$K=0{,}84 \cdot \Delta, \; P=0{,}90.$$

где Δ – значение характеристики погрешности измерений (без учета знака), соответствующее содержанию определяемого элемнета в образце для контроля. Значения Δ приведены в таблице 2. Выбор значения Δ проводят по значениям C_0.

Точность контрольного определения – C признают неудовлетворительными, если $K_K > K$.

При невыполнении условия $|K_K| \leq K$ эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия, процесс анализа приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Оперативный контроль точности проводят с каждой партией проб, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$C \pm \Delta_л, P = 0,95$ при условии $\Delta_л < \Delta$

где $\Delta_л$ – значение показателя точности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории, в соответствии с порядком, принятым в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

13.2. Контроль стабильности результатов анализа горных пород

Реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, внутрилабораторной прецизионности и точности) проводить в соответствии с п.п. 7, 8 ОСТ 41-08-214-04, п. 6 ОСТ 41-08-265-04, РМГ 76-2004.»

Главный метролог ФГУП «ВИМС» М.И. Лебедева

Главный метролог ФГБУ «ВИМС» М.И. Лебедева

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ им. Н.М. ФЕДОРОВСКОГО» (ФГУП «ВИМС»)
119017, г. Москва, Старомонетный пер., д.31
аттестат аккредитации в области обеспечения единства измерений № 01.00115-2013

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики количественного химического анализа

№ 487-01.00115-2013-2015

Методика количественного химического анализа

Определение натрия, магния, алюминия, кремния, фосфора, калия, кальция, титана, марганца и железа в горных породах, объектах окружающей среды атомно-эмиссионным методом с индуктивно связанной плазмой

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой доли натрия, калия, магния, кальция, кремния, алюминия, титана, железа, марганца, фосфора в силикатных и карбонатных горных породах, почвах, донных отложениях, илах.

Разработчик

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья им. Н.М.Федоровского» (ФГУП «ВИМС»)
119017, г. Москва, Старомонетный пер., д.31

Обозначение

НСАМ № 487-ХС. Определение натрия, магния, алюминия, кремния, фосфора, калия, кальция, титана, марганца и железа в горных породах, объектах окружающей среды атомно-эмиссионным методом с индуктивно связанной плазмой, 2010 г. (изм. № 1 от 27.05.2015 г.), на 28 листах

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 и ОСТ 41-08-205-04.

Аттестация осуществлена: по результатам метрологической экспертизы, экспериментальных и теоретических исследований материалов по разработке методики количественного химического анализа

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Приложение: Метрологические характеристики методики количественного химического анализа на 6 листах.

Дата выдачи свидетельства: « 27 » мая 2015 г.

Срок действия до: « 27 » мая 2020 г.

УТВЕРЖДЕНО

Первый заместитель генерального директора ФГУП «ВИМС» — А.А. Рогожин

Главный метролог ФГУП «ВИМС» — М.И. Лебедева

Главный метролог
ФГУП «ВИМС» М.И. Лебедева

Приложение к свидетельству № 487-01.00115-2013-2015
об аттестации методики количественного химического анализа

1. Диапазон измерений, значения показателей точности (погрешности), повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений определяемых элементов и их оксидов, массовая доля, %	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, массовая доля, %		Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, массовая доля, %		Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95), ±Δ, массовая доля, %	
	Элемент	Оксид	Элемент	Оксид	Элемент	Оксид
1	2	3	4	5	6	7
НАТРИЙ						
От 0,74 до 1,0 вкл.	0,06 С	-	0,11 С	-	0,22 С	-
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,05 С	0,05 С	0,091 С	0,10 С	0,18 С	0,20 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,03 С	0,04 С	0,068 С	0,08 С	0,13 С	0,16 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,045 С	0,055 С	0,09 С	0,11 С
МАГНИЙ						
От 0,060 до 0,10 вкл.	0,12 С	-	0,23 С	-	0,45 С	-
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,09 С	0,11 С	0,17 С	0,22 С	0,33 С	0,43 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,06 С	0,08 С	0,12 С	0,16 С	0,24 С	0,31 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,05 С	0,06 С	0,09 С	0,12 С	0,18 С	0,24 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,04 С	0,05 С	0,07 С	0,09 С	0,14 С	0,18 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,025 С	0,033 С	0,05 С	0,065 С	0,10 С	0,13 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,017 С	0,024 С	0,034 С	0,048 С	0,07 С	0,09 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,012 С	0,017 С	0,024 С	0,034 С	0,05 С	0,07 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,007 С	0,013 С	0,014 С	0,025 С	0,03 С	0,05 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	-	0,010 С	-	0,019 С	-	0,04 С
св 40,0 до 50,0 вкл.	-	0,009 С	-	0,017 С	-	0,03 С
АЛЮМИНИЙ						
От 0,10 до 0,20 вкл.	0,09 С	-	0,18 С	-	0,35 С	-
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,07 С	0,09 С	0,14 С	0,18 С	0,27 С	0,35 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,11 С	0,14 С	0,22 С	0,27 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,04 С	0,06 С	0,085 С	0,11 С	0,17 С	0,22 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,03 С	0,04 С	0,06 С	0,085 С	0,12 С	0,17 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,041 С	0,065 С	0,08 С	0,13 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,01 С	0,02 С	0,025 С	0,038 С	0,05 С	0,07 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,009 С	0,013 С	0,017 С	0,026 С	0,033 С	0,05 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	0,007 С	0,010 С	0,013 С	0,020 С	0,025 С	0,04 С
св 40,0 до 50,0 вкл.	-	0,008 С	-	0,016 С	-	0,031 С
св 50,0 до 60,0 вкл.	-	0,007 С	-	0,014 С	-	0,027 С

1	2	3	4	5	6	7
КРЕМНИЙ						
От 9,3 до 10,0 вкл.	0,016 С	-	0,032 С	-	0,063 С	-
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,008 С	-	0,016 С	-	0,031 С	-
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,005 С	0,010 С	0,010 С	0,019 С	0,020 С	0,037 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	0,004 С	0,007 С	0,007 С	0,013 С	0,014 С	0,025 С
св 40,0 до 50,0 вкл.	0,003 С	0,005 С	0,005 С	0,010 С	0,010 С	0,020 С
св 50,0 до 60,0 вкл.	-	0,004 С	-	0,008 С	-	0,016 С
св 60,0 до 99,5 вкл.	-	0,004 С	-	0,007 С	-	0,014 С
ФОСФОР						
От 0,004 до 0,005 вкл.	0,13 С	-	0,25 С	-	0,49 С	-
св 0,0050 до 0,01 вкл.	0,10 С	-	0,19 С	-	0,37 С	-
св. 0,01 до 0,02 вкл.	0,08 С	0,10 С	0,15 С	0,19 С	0,29 С	0,37 С
св 0,02 до 0,05 вкл.	0,06 С	0,08 С	0,12 С	0,15 С	0,24 С	0,29 С
св 0,050 до 0,10 вкл.	0,05 С	0,06 С	0,09 С	0,12 С	0,18 С	0,24 С
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,04 С	0,05 С	0,075 С	0,095 С	0,15 С	0,19 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,03 С	0,04 С	0,057 С	0,075 С	0,11 С	0,15 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,045 С	0,060 С	0,09 С	0,12 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	-	0,02 С	-	0,048 С	-	0,09 С
КАЛИЙ						
От 0,083 до 0,10 вкл.	0,11 С	-	0,21 С	-	0,41 С	-
св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,09 С	0,10 С	0,17 С	0,19 С	0,33 С	0,37 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,07 С	0,08 С	0,14 С	0,15 С	0,27 С	0,29 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,11 С	0,13 С	0,22 С	0,25 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,05 С	0,05 С	0,09 С	0,105 С	0,18 С	0,21 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,04 С	0,04 С	0,07 С	0,080 С	0,14 С	0,16 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,046 С	0,054 С	0,09 С	0,11 С
КАЛЬЦИЙ						
От 0,07 до 0,10 вкл.	0,12 С	-	0,24 С	-	0,47 С	-
св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,09 С	0,11 С	0,18 С	0,22 С	0,35 С	0,43 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,07 С	0,08 С	0,13 С	0,16 С	0,25 С	0,31 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,05 С	0,06 С	0,10 С	0,12 С	0,20 С	0,24 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,04 С	0,05 С	0,08 С	0,095 С	0,16 С	0,19 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,03 С	0,04 С	0,058 С	0,070 С	0,11 С	0,14 С
св 5.0 до 10,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,042 С	0,052 С	0,08 С	0,10 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,013 С	0,017 С	0,026 С	0,033 С	0,05 С	0,06 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,009 С	0,012 С	0,018 С	0,023 С	0,04 С	0,05 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	-	0,009 С	-	0,017 С	-	0,03 С

1	2	3	4	5	6	7
ТИТАН						
От 0,006 до 0,010 вкл.	0,14 С	-	0,28 С	-	0,55 С	-
св 0,01 до 0,02 вкл.	0,12 С	0,14 С	0,23 С	0,28 С	0,45 С	0,55 С
св 0,02 до 0,05 вкл.	0,09 С	0,11 С	0,18 С	0,22 С	0,35 С	0,43 С
св 0,050 до 0,10 вкл.	0,07 С	0,09 С	0,14 С	0,17 С	0,27 С	0,33 С
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,12 С	0,14 С	0,24 С	0,27 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,05 С	0,06 С	0,09 С	0,11 С	0,18 С	0,22 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,04 С	0,05 С	0,073 С	0,09 С	0,14 С	0,18 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,03 С	0,04 С	0,062 С	0,07 С	0,12 С	0,14 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,040 С	0,055 С	0,08 С	0,11 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,01 С	0,02 С	0,025 С	0,035 С	0,05 С	0,07 С
МАРГАНЕЦ						
От 0,01 до 0,02 вкл.	0,12 С	0,14 С	0,24 С	0,27 С	0,47 С	0,53 С
св 0,02 до 0,05 вкл.	0,10 С	0,12 С	0,20 С	0,23 С	0,39 С	0,45 С
св 0,050 до 0,10 вкл.	0,09 С	0,10 С	0,17 С	0,20 С	0,33 С	0,39 С
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,12 С	0,14 С	0,24 С	0,27 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,04 С	0,05 С	0,08 С	0,10 С	0,16 С	0,20 С
ЖЕЛЕЗО						
От 0,35 до 0,50 вкл.	0,08 С	-	0,15 С	-	0,29 С	-
св. 0,50 до 1,0 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,11 С	0,13 С	0,22 С	0,26 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,05 С	0,05 С	0,09 С	0,10 С	0,18 С	0,20 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,03 С	0,04 С	0,056 С	0,07 С	0,11 С	0,14 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,02 С	0,02 С	0,030 С	0,043 С	0,06 С	0,08 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,008 С	0,01 С	0,016 С	0,021 С	0,03 С	0,04 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,005 С	0,007 С	0,010 С	0,014 С	0,02 С	0,03 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	-	0,006 С	-	0,011 С	-	0,02 С

Примечание:

Диапазоны определяемых элементов в соответствии с назначением методики количественного химического анализа

2. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений определяемых элементов и их оксидов, массовая доля, %	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r, массовая доля, %		Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа), R, массовая доля, %	
	Элемент	Оксид	Элемент	Оксид
1	2	3	4	5
НАТРИЙ				
От 0,74 до 1,0 вкл.	0,15 С	-	0,30 С	-
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,13 С	0,14 С	0,25 С	0,28 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,09 С	0,11 С	0,19 С	0,22 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,06 С	0,08 С	0,12 С	0,15 С

1	2	3	4	5
МАГНИЙ				
От 0,060 до 0,10 вкл.	0,32 С	-	0,64 С	-
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,24 С	0,30 С	0,47 С	0,61 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,17 С	0,22 С	0,33 С	0,44 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,12 С	0,17 С	0,25 С	0,33 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,10 С	0,12 С	0,19 С	0,25 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,07 С	0,09 С	0,14 С	0,18 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,05 С	0,07 С	0,09 С	0,13 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,03 С	0,05 С	0,07 С	0,09 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,04 С	0,07 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	-	0,026 С	-	0,053 С
св 40,0 до 50,0 вкл.	-	0,024 С	-	0,047 С
АЛЮМИНИЙ				
От 0,10 до 0,20 вкл.	0,25 С	-	0,50 С	-
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,19 С	0,25 С	0,39 С	0,50 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,15 С	0,19 С	0,30 С	0,39 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,12 С	0,15 С	0,24 С	0,30 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,08 С	0,12 С	0,17 С	0,24 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,06 С	0,09 С	0,11 С	0,18 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,03 С	0,05 С	0,07 С	0,11 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,024 С	0,04 С	0,05 С	0,07 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	0,018 С	0,03 С	0,04 С	0,06 С
св 40,0 до 50,0 вкл.	-	0,022 С	-	0,044 С
св 50,0 до 60,0 вкл.	-	0,019 С	-	0,039 С
КРЕМНИЙ				
От 9,3 до 10,0 вкл.	0,044 С	-	0,089 С	-
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,022 С	-	0,044 С	-
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,014 С	0,026 С	0,028 С	0,053 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	0,010 С	0,018 С	0,019 С	0,036 С
св 40,0 до 50,0 вкл.	0,007 С	0,014 С	0,014 С	0,028 С
св 50,0 до 60,0 вкл.	-	0,011 С	-	0,022 С
св 60,0 до 99,5 вкл.	-	0,010 С	-	0,019 С
ФОСФОР				
От 0,004 до 0,005 вкл.	0,35 С	-	0,69 С	-
св 0,0050 до 0,01 вкл.	0,26 С	-	0,53 С	-
св. 0,01 до 0,02 вкл.	0,21 С	0,26 С	0,42 С	0,53 С
св 0,02 до 0,05 вкл.	0,17 С	0,21 С	0,33 С	0,42 С
св 0,050 до 0,10 вкл.	0,12 С	0,17 С	0,25 С	0,33 С
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,10 С	0,13 С	0,21 С	0,26 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,08 С	0,10 С	0,16 С	0,21 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,06 С	0,08 С	0,12 С	0,17 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	-	0,07 С	-	0,13 С

1	2	3	4	5
КАЛИЙ				
От 0,083 до 0,10 вкл.	0,29 С	-	0,58 С	-
св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,24 С	0,26 С	0,47 С	0,53 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,19 С	0,21 С	0,39 С	0,42 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,15 С	0,18 С	0,30 С	0,36 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,12 С	0,15 С	0,25 С	0,29 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,10 С	0,11 С	0,19 С	0,22 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,13 С	0,15 С
КАЛЬЦИЙ				
От 0,07 до 0,10 вкл.	0,33 С	-	0,66 С	-
св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,25 С	0,30 С	0,50 С	0,61 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,18 С	0,22 С	0,36 С	0,44 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,14 С	0,17 С	0,28 С	0,33 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,11 С	0,13 С	0,22 С	0,26 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,08 С	0,10 С	0,16 С	0,19 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,06 С	0,07 С	0,12 С	0,14 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,04 С	0,05 С	0,07 С	0,09 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,02 С	0,03 С	0,05 С	0,06 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	-	0,02 С	-	0,05 С
ТИТАН				
От 0,006 до 0,010 вкл.	0,39 С	-	0,78 С	-
св 0,01 до 0,02 вкл.	0,32 С	0,39 С	0,64 С	0,78 С
св 0,02 до 0,05 вкл.	0,25 С	0,30 С	0,50 С	0,61 С
св 0,050 до 0,10 вкл.	0,19 С	0,24 С	0,39 С	0,47 С
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,17 С	0,19 С	0,33 С	0,39 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,12 С	0,15 С	0,25 С	0,30 С
св 0,50 до 1,0 вкл.	0,10 С	0,12 С	0,20 С	0,25 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,09 С	0,10 С	0,17 С	0,19 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,06 С	0,08 С	0,11 С	0,15 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,03 С	0,05 С	0,07 С	0,10 С
МАРГАНЕЦ				
От 0,01 до 0,02 вкл.	0,33 С	0,37 С	0,66 С	0,75 С
св 0,02 до 0,05 вкл.	0,28 С	0,32 С	0,55 С	0,64 С
св 0,050 до 0,10 вкл.	0,24 С	0,28 С	0,47 С	0,55 С
св 0,10 до 0,20 вкл.	0,17 С	0,19 С	0,33 С	0,39 С
св 0,20 до 0,50 вкл.	0,11 С	0,14 С	0,22 С	0,28 С

1	2	3	4	5
ЖЕЛЕЗО				
От 0,35 до 0,50 вкл.	0,21 С	-	0,42 С	-
св. 0,50 до 1,0 вкл.	0,15 С	0,18 С	0,30 С	0,36 С
св 1,0 до 2,0 вкл.	0,12 С	0,14 С	0,25 С	0,28 С
св 2,0 до 5,0 вкл.	0,08 С	0,10 С	0,16 С	0,19 С
св 5,0 до 10,0 вкл.	0,042 С	0,06 С	0,083 С	0,12 С
св 10,0 до 20,0 вкл.	0,022 С	0,029 С	0,044 С	0,058 С
св 20,0 до 30,0 вкл.	0,014 С	0,019 С	0,028 С	0,039 С
св 30,0 до 40,0 вкл.	-	0,015 С	-	0,030 С

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- контроль правильности результатов анализа;

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

- контроль исполнителем процедуры выполнения анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры) в соответствии с ОСТ 41-08-214-04 и РМГ 76-2004.

Контроль стабильности и правильности результатов анализа силикатных и карбонатных горных пород выполняют в соответствии с ОСТ 41-08-214-04, ОСТ 41-08-265-04.

Контроль стабильности и правильности результатов анализа почв, донных отложений, илов выполняют в соответствии с РМГ 76-2004.

Главный метролог ФГУП «ВИМС» **М.И. Лебедева**

Главный метролог
ФГБУ «ВИМС» Лебедева

Заказ №46 Доп. тираж 5 экз.

РИС ВИМС, 2015