ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



|  |  |
| --- | --- |
| **НАЦИОНАЛЬНЫЙ**  **СТАНДАРТ**  **РОССИЙСКОЙ**  **ФЕДЕРАЦИИ** | ГОСТ Р  *(проект, первая редакция)* |

**ИСКОПАЕМЫЕ ПОЛЕЗНЫЕ ТВЕРДЫЕ**

**Общие требования к подготовке проб**

Шифр темы ПНС – 1.17.325-1.003.25

Настоящий проект стандарта не подлежит

применению до его принятия

**Предисловие**

1 разработан Федеральным государственным бюджетным учреждением Всероссийский научно-исследовательский институт минерального сырья имени Н. М. Федоровского (ФГБУ «ВИМС»).

2 внесен Техническим комитетом по стандартизации ТК  325 «Аналитический контроль».

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от «\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_\_ г. № \_\_\_\_\_\_\_

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в* [*статье 26*](http://demo.garant.ru/document/redirect/71108018/26) *Федерального закона "О стандартизации в Российской Федерации". Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в годовом (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе "Национальные стандарты", а официальный текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемом информационном указателе "Национальные стандарты". В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя "Национальные стандарты". Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования - на* [*официальном сайте*](http://demo.garant.ru/document/redirect/5225100/279) *национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет (*[*www.gost.ru*](http://demo.garant.ru/document/redirect/5225100/279)*).*

**Содержание**

1 Область применения ……………………………………………………………

2 Нормативные ссылки ……………………………………………………………

3 Термины и определения ……………………………………………………….

4 Общие положения..………………………………………………………………

5 Прием проб на подготовку………………………………………………………

6 Общие требования к подготовке проб к анализу …………………………...

7 Операции подготовки пробы к анализу ………………………………………

8 Упаковка и хранение проб.……………………………………………………...

9 Контроль качества подготовки проб .………………………………………….

10. Анализ результатов контроля подготовки проб…………………………...

Приложение А (справочное)……………………………………………………....

Приложение Б (справочное)……………………………………………………....

Приложение В (справочное)…………………………........................................

Библиография …………………………………………………….………………...

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**ИСКОПАЕМЫЕ ПОЛЕЗНЫЕ ТВЕРДЫЕ**

**Общие требования к подготовке проб**

MINERAL USEFUL SOLID General requirements for sample preparation ores.

Дата введения

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на твердые полезные ископаемые и устанавливает общие требования к подготовке представительной пробы для количественного химического анализа с целью получения достоверных данных для оценки качества полезного ископаемого.

Настоящий стандарт распространяется на подготовку проб, отбор которых выполнен при проведении геологического опробования.

Настоящий стандарт разработан для применения предприятиями и организациями, осуществляющими деятельность в сфере недропользования, независимо от их ведомственной принадлежности и формы собственности.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие документы:

ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ Р 8.563 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 52361 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р ХХХХХ Ископаемые полезные твердые. Основные методы геологического контроля качества аналитических работ

**3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применены термины с учетом   
ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р 52361, ГОСТ Р ХХХХХ, а также следующие термины с соответствующими определениями:

**холостая проба:** специально подготовленная проба горной породы, близкая по составу и свойствам к исследуемым пробам, но не содержащая рудную минерализацию.

**максимальный размер куска:** размер куска, соответствующий размеру отверстия сита, на котором в результате рассева пробы надрешетный продукт составляет не более 5% массы пробы, подвергаемой рассеву.

**4 Общие положения**

4.1 Сущность технологического подхода к подготовке проб заключается в уменьшении крупности частиц и массы исходной геологической пробы в условиях применения различного оборудования.

4.2 Анализы и испытания, позволяющие определять показатели качества твердого полезного ископаемого, проводят на аналитических пробах, полученных путем обработки и специальной подготовки материала, отобранного от проб геологического опробования.

4.3 Подготовка геологических проб производится по заранее разработанной схеме.

4.4 Схема подготовки проб разрабатывается для каждого месторождения с учетом особенностей минерального состава, текстур и структур твердого полезного ископаемого, определяемых показателей качества, методик (методов) измерений. На ранних стадиях геологоразведочных работ схема может приниматься по аналогии с однотипными месторождениями твердых полезных ископаемых.

4.5 Схема подготовки проб должна обеспечивать отсутствие систематических и приемлемую величину случайных погрешностей определяемого состава и свойств твердого полезного ископаемого в лабораторной пробе относительно исходной геологической пробы.

4.6 Схема подготовки геологической пробы, включающая операции сушки, дробления, измельчения (истирания), сокращения разрабатывается геологическим подразделением.

4.7 Для составления схемы подготовки проб рассчитывают массу представительной пробы в килограммах, которую определяют в зависимости от размера максимального куска в пробе и однородности твердого полезного ископаемого по содержанию определяемого компонента по формуле:

где - коэффициент, зависящий от однородности твердого полезного ископаемого по содержанию определяемого компонента;

- размер максимального куска в пробе, мм.

Примечание: - Для расчета массы представительной пробы, кроме формулы (1), можно использовать другие эмпирические формулы, применяемые в зарубежной и отечественной практике.

4.8 При составлении схемы подготовки пробы следует учитывать: наличие определенного оборудования, средств измерений, стоимость и производительность подготовки проб.

4.9 Выбор числа стадий подготовки зависит от крупности максимального размера куска в исходной геологической пробе. Количество стадий подготовки проб может быть уменьшено за счет применения дробильно-измельчительного оборудования с более высокой степенью дробления (измельчения).

4.10 Обрабатывая геологическую пробу по установленной схеме, доводят ее до крупности, необходимой для передачи в лабораторию.

4.11 При графическом оформлении схемы пользуются общепринятыми условными обозначениями для основных операций подготовки проб. На схеме также указывают массы проб после каждого сокращения в килограммах, диаметры отверстий сит и размер частиц после каждой операции дробления (измельчения) в миллиметрах. Пример типовой схемы подготовки проб приведен в   
Приложении А.

4.12 Схема подготовки проб должны быть утверждена руководителем геологической службы предприятия.

4.13 Схема подготовки проб согласовывается с организацией или структурным подразделением, выполняющим работы по подготовке проб.

4.14 Подготовка проб выполняется организацией или структурным подразделением, имеющим необходимые ресурсы (оборудование, персонал) и установленную систему обеспечения и контроля качества работ.

**5 Прием проб на подготовку**

5.1 Геологические пробы должны быть представлены в виде кускового материала крупностью не более 70 мм.

5.2 Каждая геологическая проба должна быть упакована в тару (например, в плотный мешок), не допускающую просыпания, обеспечивающую сохранность материала пробы, и снабженную этикеткой.

На этикетке как минимум должен быть указан номер пробы и дата отбора пробы. Для надежной идентификации проб рекомендуется дополнительно указывать номер/название выработки и интервал отбора.

5.3 Для выполнения подготовки проб следует представлять пробы партиями, сгруппированными по видам (типам) твердого полезного ископаемого. Каждая партия проб должна сопровождаться реестром (наряд-заказом, ведомостью).

5.4 При приеме проб на подготовку необходимо проверить:

- состояние проб и упаковки;

- наличие реестра (наряд-заказа, ведомости);

- соответствие фактического количества и номеров проб реестру (наряд-заказу, ведомости);

- соответствие фактической крупности и массы проб, заявленной в документах (проверяется выборочно, объем контроля устанавливается внутренними документами организации или структурного подразделения, выполняющего подготовку проб).

В случае отсутствия реестра (наряд-заказа, ведомости), несоответствия материала проб по крупности и массе, нарушения упаковки партия проб не принимается до устранения выявленных несоответствий.

5.5 Принятый заказ регистрируется в документе, в который следует вносить все сведения, относящиеся к выполнению подготовки проб.

5.6 До передачи геологических проб на подготовку их следует хранить в помещении, защищенном от атмосферных осадков, желательно в отапливаемом.

**6 Общие требования к подготовке пробы к анализу**

6.1 Подготовку пробы к анализу, включающую сушку, дробление, измельчение (истирание), перемешивание и сокращение, следует выполнять с помощью специальных механических устройств (специального оборудования).

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

Геохимические пробы следует подготавливать на отдельных специально для этого выделенных установках и в отдельном помещении.

6.3 Скорость движения воздуха вытяжной вентиляции в зоне подготовки проб к анализу должна быть такой, чтобы мелкие фракции легких минералов не уносились потоком воздуха.

6.4 При подготовке проб для анализов на железо, хром, ванадий, молибден, марганец, титан следует использовать оборудование с рабочими частями из карбида вольфрама, корунда, фарфора, инертного полимерного покрытия. Не рекомендуется использовать оборудование с рабочими частями из стали.

6.5 Для снижения вероятности систематического завышения содержаний в пробах бедных руд, обработку богатых и бедных руд необходимо проводить на отдельных технологических линиях или по очередности (от бедных руд к богатым) в случае работы на одной технологической линии.

6.6 Представительность лабораторной пробы для определения химического состава полезного ископаемого обеспечивается многоэтапным процессом подготовки геологической пробы, который в общем случае состоит из следующих операций:

- сушка;

- дробление до крупности +2 - -30мм;

- измельчение до крупности +0,2 - -1мм;

- истирание до крупности +0,044 - -0,071мм;

- перемешивание;

- сокращение.

Примечание: - Крупность материала каждой операции подготовки определяется возможностями дробильно-измельчительного оборудования.

6.7 Масса аналитической пробы зависит от методики измерений и обычно составляет от 200 до 500 грамм. Крупность материала аналитической пробы должна соответствовать крупности, указанной в методике измерений или внутренних документах организации или структурного подразделения, выполняющего аналитические работы.

В случае отсутствия требований к крупности аналитический пробы в качестве норматива принимают крупность не более 0,071 мм для 95% от общей массы лабораторной пробы.

**7 Операции подготовки пробы к анализу**

7.1 Сушка

7.1.1 Для сушки геологических проб рекомендуется использовать сушильные шкафы с автоматическим поддержанием заданной температуры. Температура сушки зависит от минерального состава пробы и регламентируется инструкцией или другим внутренним документом по сушке геологических проб.

7.1.2 Сушка проб в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °C используется, если:

- при 105 ±5 °C отсутствуют потери анализируемых летучих компонентов;

- проводится анализ проб, в которых не исследуются летучие компоненты.

7.1.3 Температура и время сушки зависят от особенностей материала пробы, толщины слоя материала пробы, влажности пробы и воздуха и скорости потока воздуха вентиляции.

Примечание:- В настоящем стандарте сушка используется только для удаления того количества воды, которое может повлиять на подготовку геологической пробы (например, во время дробления, измельчения), т.е материал пробы не высушивают до постоянной массы. В случае необходимости определения массовой доли влаги проводят по отдельной методике.

7.2 Дробление, измельчение и истирание

7.2.1 Дробление и измельчение (истирание) проб проводят с помощью специального оборудования - дробилок, мельниц, смонтированных вместе с сократителями в одной пробоподготовительной установке или установленных индивидуально.

7.2.2 Рабочие части используемого оборудования должны быть изготовлены из износоустойчивых материалов, чтобы загрязнения были минимальными.

7.2.3 Режим измельчения (истирания) должен исключать потери определяемых компонентов и загрязнение проб материалом рабочих частей оборудования или материалом ранее обрабатываемых проб.

7.2.4 При измельчении (истирании) проб мягкие минералы (графит, молибденит, минералы глин и др.) не должны налипать на стенки и другие рабочие части оборудования. Для снижения рисков искажения результатов анализа следует по возможности сокращать время измельчения.

При измельчении (истирании) проб, содержащих ковкие минералы (самородное золото, серебро, платина) может проявляться раскатывание (развальцевание) минеральных зерен, попадание которых в анализируемую навеску приводит к большим случайным отклонениям в результатах анализа. Кроме того, при этом могут возникать потери полезных минералов на применяемом оборудовании за счет прилипания тонких (раскатанных) пластин к стенкам.

7.2.5 Внутреннюю часть оборудования для измельчения проб перед применением следует тщательно очистить от остатков предыдущей пробы. Перед измельчением пробы, сильно отличающейся по составу от предыдущей, через устройство необходимо 1-3 раза пропустить материал этой или схожей по составу пробы и отбросить его. Особое внимание должно уделяться чистке оборудования при использовании комплексных механических устройств.

После каждой партии проб через оборудование для измельчения необходимо пропустить пустую породу (кварцевый песок) и очистить оборудование путем обдува сжатым воздухом.

7.2.6 Внутреннюю часть оборудования для истирания проб перед применением следует тщательно очистить от остатков предыдущей пробы по аналогии п.7.2.5.

7.2.7 При истирании проб для определения содержаний ртути и серы необходимо не допускать их перегревания.

7.2.8 Пробы природных солей во избежание их увлажнения или потери части кристаллизационной воды не следует истирать до крупности меньше, чем это требуется для выполнения анализа.

7.3 Перемешивание

7.3.1 Перед сокращением материал пробы следует тщательно перемешивать.

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

7.3.3 При необходимости перемешивать пробу вручную следует использовать метод "кольца и конуса" или метод перекатывания, руководствуясь Приложением Б.

7.3.4 При использовании для обработки проб автоматических технологических модулей и сокращении проб с помощью желобковых, конусных и ротационных делителей дополнительного перемешивания не требуется.

7.4 Сокращение

7.4.1 Если проба поступила в количестве значительно большем, чем требуется для анализа, ее можно сократить для уменьшения загрузки оборудования, упрощения измельчения и перемешивания. Масса сокращенной пробы должна быть представительной. Сокращать можно пробы крупностью не более 2 мм.

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

(2)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| где |  | - масса поступившей пробы, кг; |
|  |  | - масса представительной пробы, кг. |

Если , то сокращение пробы возможно; если , то проба может быть сокращена только после ее дополнительного измельчения.

7.4.3 Перед каждым сокращением пробу необходимо тщательно перемешать, как указано в п. 7.3.

7.4.4 Пробы следует сокращать с помощью механических сократителей или делителей проб.

При необходимости сокращения проб вручную следует использовать методы квадратования, квартования или использовать желобчатый делитель, руководствуясь Приложением В.

**8. Упаковка и хранение проб**

Пробы для количественного химического анализа помещают в плотно закрытый пакет, обеспечивающий сохранность материала, и снабжают этикетками для однозначной идентификации пробы.

**9 Контроль качества подготовки проб**

9.1 Для обеспечения качества подготовки проб следует проводить регулярный контроль за работой отделения (цеха) подготовки проб, проверяя соблюдение установленной схемы подготовки проб и правильность сокращения, а также оценивая возможность избирательного выноса материала вытяжной вентиляцией и заражения проб ранее подготовленным материалом.

9.2 При подготовке геологической пробы необходимо контролировать следующие показатели:

- представительность аналитической пробы (достаточна ли масса при данной крупности ее частиц);

- крупность частиц пробы;

- возможные потери отдельных летучих элементов пробы (ртути, воды, серы и др.) и изменение валентной формы отдельных элементов (железа, серы и др.) при измельчении (истирании);

- загрязнение пробы материалом, подготовленной ранее пробы;

- загрязнение пробы материалом рабочих частей оборудования.

9.3 Возможными причинами несоответствий, возникающих в процессе подготовки проб, могут быть:

- несоблюдения схемы подготовки проб,

- избирательные потери вещества пробы;

- загрязнения подготавливаемого материала остатками предыдущих проб или материалом рабочих частей оборудования;

- нарушения маркировки проб;

- нарушений условий хранения проб.

9.4 Для оценки величины возможных случайных погрешностей, возникающих при сокращении проб, рекомендуется проводить специальные экспериментальные работы по обоснованию величины коэффициента *k* в формуле (1).

9.5 Для оценки влияния крупного золота на погрешность подготовки проб рекомендуется применять один из следующих варианты контроля:

- предварительный отсев относительно крупных частиц золота;

- цианирование золота из навесок руды большой массы;

- предварительное гравитационное концентрирование.

9.6 Правильность сокращения подготавливаемого материала проверяется контрольным измерением массы сокращенной пробы и сопоставлением ее с расчетной.

9.7 Возможные потери летучих элементов или изменение их валентной формы следует контролировать, периодически определяя эти элементы в пробах, измельченных другим способом или на другом оборудовании (контрольное измельчение). Для этого часть проб поступившей на анализ партии делят пополам: одну половину измельчают в обычном устройстве, другую - в устройстве, обеспечивающем меньшее распыление и меньшее местное разогревание или в обычном устройстве, но с добавлением спирта или воды. В пробах, измельченных двумя разными способами или на разном оборудовании, определяют один или несколько компонентов из числа тех, которые относятся к летучим или при подготовке пробы могут изменить свою валентную форму. Определения должен выполнять один и тот же аналитик (исполнитель) в одних и тех же условиях. Результаты анализа проб, измельченных двумя способами, оценивают так же, как при оперативном контроле прецизионности по [1].

9.8 Загрязнение пробы материалом подготовленной ранее пробы следует контролировать способом, аналогичным описанному в п.9.7. Для контрольного измельчения следует использовать устройство, которое после каждого измельчения должно быть очищено мокрым способом. В пробах определяют один или несколько элементов из числа тех, которыми может быть загрязнена проба и которые существенны для анализа (определяемые или мешающие элементы).

9.9 Загрязнение пробы материалом рабочих частей оборудования контролируют способом, аналогичным описанному в п.9.7.

Дня контрольного измельчения (истирания) следует использовать устройство, рабочие части которого изготовлены из материала, не содержащего определяемых или мешающих элементов. В пробах, измельченных разными способами, определяют элементы, которые могут попасть в материал пробы при измельчении.

9.10 Три вида контроля по пп. 9.7-9.9 можно совместить, измельчая одну и ту же пробу с помощью такого оборудования и при таких условиях, при которых выполняются все требования, изложенные в пп. 9.7-9.9.

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

9.11 Для количественной оценки избирательного выноса материала вытяжной вентиляцией рекомендуется периодически собирать, взвешивать и направлять на анализ пыль, выносимую вентилятором на протяжении одной смены. Одновременно должны быть зафиксированы номера и массы подготовленных за смену проб. Сравнение масс собранного материала и подготовленных проб, а также их состава позволяет определить характер и величину возникающих по этой причине погрешностей подготовки проб.

9.12 В качестве контрольных проб используют:

- дубликаты из хвостов сокращения (после дробления, измельчения, истирания);

- холостые пробы.

Все контрольные пробы визуально и по массе не должны отличаться от рядовых проб.

9.13 При формировании партии проб для отправки в лабораторию в реестр (наряд-заказ, ведомость) необходимо включить контрольные пробы.

9.14 Все контрольные должны иметь определенное положение в реестре (наряд-заказе, ведомости). Подготовка проб должна проводиться в строгой последовательности, соответствующей перечню проб в реестре (наряд-заказе, ведомости). Выполнение этого требования должно периодически контролироваться.

9.15 Дубликаты из хвостов сокращения

Для оперативной оценки качества подготовки проб отбирают дубликаты из хвостов сокращения в количестве, например, 1 % от общего планируемого числа рядовых проб за отчетный период, при этом обеспечивают равномерное включение проб из разных диапазонов (классов) содержаний определяемых компонентов.

Если схемой подготовки проб предусмотрено несколько стадий сокращения, то отбор дубликатов определяется программой контроля качества, при этом из хвостов первой стадии отбор контрольных проб обязателен.

Подготовку дубликатов из хвостов сокращения проводят по схеме, по которой проводилась подготовка пробы, анализ проводят в той же лаборатории и по той же методике измерений.

Для получения возможности отбора дубликатов с каждой стадии подготовки проб рекомендуется хранить хвосты (полностью или частично) до получения результатов контроля подготовки соответствующей партии проб и распоряжения специалиста геологической службы об их утилизации.

9.16 Холостая проба

Наличие заражения при подготовке проб контролируется анализами холостых проб, которые подготавливаются по утвержденной схеме совместно с рядовыми пробами. Рекомендуется включать одну холостую пробу в партию из 20-50 проб.

Для оперативной оценки заражения проб при подготовке в каждый реестр (наряд-заказ, ведомость) после проб с рудной минерализацией включают холостые пробы.

Отбор и подготовку материла холостой пробы осуществляет геологическая служба предприятия по разработанной и утвержденной внутренней инструкции. В обязательном порядке проводится проверка степени чистоты отобранного материала.

Зараженной считается холостая проба, содержание контролируемых компонентов в которой превышает первоначальное содержание более чем на величину где - погрешность используемой методики измерений. Масса каждой холостой пробы должна соответствовать средней массе основных геологических проб. Крупность холостой пробы должна соответствовать крупности геологических проб, поступающих на подготовку. Внедрение холостых проб в партию производится до начала процесса подготовки проб. Холостой пробе присваивается последовательный номер в партии рядовых проб.

При выявлении зараженной холостой пробы должны быть забракованы пробы, подготовленные как до зараженной холостой пробы, так и после неё до следующих незараженных холостых проб. Работу по подготовке проб приостанавливают до выяснения и устранения причин получения неудовлетворительных результатов.

9.17 Все контрольные пробы в обязательном порядке направляются на анализ. Полученные при этом результаты основного и контрольного анализов должны пройти сопоставление с целью выявления аналитических расхождений, допустимых или недопустимых отклонений, на основании чего делается вывод о качестве проведенных работ по подготовке проб.

9.18 При нарушениях технологии подготовки проб (загрязнение оборудования, нарушение процедур сокращения и т.д) последовательная обработка основных и контрольных проб позволяет определить блок проб, смежных с контрольными пробами, которые подлежат отбраковке и направлению на повторную подготовку.

9.19 Для принятия окончательного решения по отбраковке партии проб рекомендуется выполнить аудит процесса их подготовки, так как отбраковка целых блоков проб является ответственной решением, влекущим большие материальные затраты и вовлечение в подготовку дубликатов геологических проб, которые подлежат длительному хранению.

9.20 Контроль крупности

Крупность частиц пробы на разных операциях подготовки (измельчение, истирание) следует контролировать, просеивая не менее одной десятой части материала пробы через сито с соответствующей сеткой по ГОСТ 6613.

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

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

**10. Анализ результатов контроля подготовки проб**

10.1 Анализ результатов контроля качества подготовки проб должен проводиться оперативно ответственным лицом геологической службы предприятия, сразу после получения результатов анализов от лаборатории. Это повышает эффективность контроля и позволяет не допустить отклонений от утвержденной схемы подготовки проб.

10.2 При получении некорректных результатов анализов, необходимо незамедлительно провести обсуждение с подразделением, выполняющим подготовку проб.

Примечание:- Рекомендуется проводить аудит организации (подразделения), выполняющей подготовку проб, не менее одного раза за время осуществления геологических работ.

10.3 Для анализа результатов контроля качества подготовки проб рекомендуется использовать графическое методы представления результатов анализа (например, контрольные карты Шухарта, ряд методов составления графиков сходимости результатов сопряженных проб, таких как графики Томпсона-Говарта, графики Q-Q, обычные графики рассеяния), которые позволяют наглядно видеть результаты контроля, оперативно предпринимать корректирующие меры, анализируя данные контроля.

10.4 Отчетная документация по результатам контроля подготовки проб должна содержать сведения о проведенном контроле, оперативности внесения данных (даты), их графическую и статистическую обработку, информацию о предпринятых действиях при получении неудовлетворительных результатов контроля.

**Приложение А**

(справочное)

Рисунок 1 - Стандартная схема подготовки керновых проб при проведении геологоразведочных работ

m от 2 до 6 кг, d 50-70 мм, k = 0,7; m = kd2

геологическая проба

t = 105 ± 5 0C

сушка

дробление до 2 мм

измельчение до 1 мм

Контроль крупности, сито 1 мм

перемешивание

сокращение

хвост сокращения

Лабораторная проба, не менее 1 кг

истирание до 0,071 мм

Контроль крупности, сито 0,071 мм

перемешивание

сокращение

Дубликат аналитической пробы,

не менее 0,5 кг

Аналитическая проба,

не менее 0,5 кг

**Приложение Б**

(справочное)

Методы перемешивания проб вручную

1. Метод "кольца и конуса".

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

2. Метод перекатывания.

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

**Приложение В**

(справочное)

Методы сокращения проб вручную

1. Метод квадратования.

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

2. Метод квартования.

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

3. Метод сокращения с использованием желобчатого делителя.

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

**Библиография**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| [1] | Рекомендации по межгосударственной стандартизации  РМГ 76-2014 | Государственная система обеспечения единства  измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа |
|  |  |  |

**\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

УДК 658.562.23 ОКС 17020 ОКС 19020

Ключевые слова: твердые полезные ископаемые, геологическая проба, операции подготовки пробы, схема подготовки проб, дубликат сокращения, холостая проба.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Руководитель предприятия-разработчика стандарта |  |  |
| Генеральный директор\_\_\_\_  должность |  |  |
| ФГБУ «ВИМС»\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  наименование предприятия-разработчика стандарта | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  личная подпись | А.А. Коровко  инициалы, фамилия |
| Руководитель разработки  Первый зам. ген. директора по осн. деятельности  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  личная подпись | А. А. Рогожин\_  инициалы, фамилия |
| Исполнитель Зав. отделом – главный метролог\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  личная подпись | М. И. Лебедева  инициалы, фамилия |
| Исполнитель Главный специалист\_  должность | \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  личная подпись | Е.В. Ступакова  инициалы, фамилия |