**Петров, Лев Львович.**
Обеспечение достоверности аналитической информации в геохимии на основе разработки и применения многоэлементарных стандартных образцов состава : диссертация ... доктора химических наук : 02.00.02. - Иркутск, 1999. - 517 с. : ил.

## Оглавление диссертациидоктор химических наук Петров, Лев Львович

ВВЕДЕНИЕ.5

Глава 1 СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ СОСТАВА ПРИРОДНЫХ СРЕД СОСТОЯНИЕ ПРОБЛЕМЫ 15

Глава 2 ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССОВ РАЗРАБОТКИ МНОГОЭЛЕМЕНТНЫХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ПРИРОДНЫХ СРЕД 33

2.1. Этапы разработки стандартных образцов состава.33

2.1.1. Общие требования к СО и схема исследований при их разработке.34

2.1.2. Краткая характеристика этапов разработки СО.36

2.1.3. Отбор материала для создания СО.39

2.1.4. Составление технического задания на СО и исследование материала отобранной пробы.43

2.1.5. Подготовка материала стандартных образцов.48

2.1.6. Исследование гранулометрических характеристик вещества СО.53

2.2. Исследование и оценка однородности.60

2.2.1. Требования нормативных документов.60

2.2.2. Оценка погрешности неоднородности и ее учет для образца дунита СДУ-1 . 63

2.2.3. Оценки погрешности неоднородности для стандартных образцов состава траппа СТ-2 и габбро эссекситового СГД-2.68

2.2.4. Оценки погрешности неоднородности для стандартных образцов состава кварцевого диорита СКД-1 и святоносита ССв-1.78

2.2.5. Оценки погрешности неоднородности для стандартных образцов состава золы углей ЗУК-1 и ЗУА-1.86

2.2.6. Оценки погрешности неоднородности для стандартных образцов состава донных отложений озера Байкал (БИЛ-1 и БИЛ-2).92

2.3. Планирование и проведение межлабораторного эксперимента.102

2.4. Аттестационные исследования.115

2.4.1. Установление основных метрологических характеристик стандартных образцов 115

2.4.2. Установление представительной массы пробы.122

2.5. Стабильность образцов и продление срока действия СО.125

2.5.1. Исследование стабильности СО. 127

2.5.2. Изменение аттестованных характеристик и методы анализа.135

2.6. Выводы к главе.139

Глава 3. ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДОСТОВЕРНОСТИ АТТЕСТАЦИИ

МНОГОЭЛЕМЕНТНЫХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА

ПРИРОДНЫХ СРЕД. 143

3.1. Комплекс средств и способов обеспечения правильности при оценке результатов

МЛЭ. .147

3.1.1. Учет геохимических закономерностей.149

3.1.2. Способ поминеральных балансов.155

3.1.3. Проверка согласованности стандартных образцов.158

3.1.4. Учет данных по симметричности функции распределения результатов МЛЭ.161

3.2. Закономерности распределения аналитических результатов в аналитических интервалах при количественных методах элементного анализа . 163

3.2.1. Распределение оценок концентраций в аналитических интервалах методик атомно-эмиссионного анализа . 168

3.2.2. Распределение оценок концентраций в аналитических интервалах методик других спектральных методов анализа. 173

3.2.3. Распределение оценок концентраций в аналитических интервалах методик других методов анализа.184

3.2.4. Общие закономерности распределения результатов анализа по аналитическим интервалам для разных методов.189

3.2.5. Использование установленных закономерностей при оценке величины аттестуемых содержаний элементов. 193

3 .3. Переаттестация стандартных образцов.200

3.4. Выводы к главе.202

Глава 4 ОПТИМАЛЬНАЯ КОЛЛЕКЦИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ПРИРОДНЫХ СРЕД. СПОСОБЫ ОЦЕНКИ 205

4.1. Объекты элементного анализа и круг анализируемых элементов.205

4.2. Номенклатура стандартных образцов состава природных минеральных сред и проблемы ее оптимизации. . 211

4.3. Традиционный подход к оценке необходимой номенклатуры.219

4.4. Стандартные образцы состава гранитоидов и концепция геохимической типизации.223

4.5. Оценка оптимального количества стандартных образцов состава магматических горных пород для региональной сопоставимости анализов.229

4.5.1. Эффективный потенциал ионизации как характеристика матричного влияния в атомно-эмиссионном спектральном анализе.230

4.5.2. К оценке величины влияния общего химического состава проб в атомно-эмиссионном спектральном анализе.232

4.5.3. Вариации в составах магматических горных пород. 237

4.5.4. Оценка количества СО, необходимых для обеспечения региональной сопоставимости анализов магматических горных пород.239

4.6. Выводы к главе.241

Глава 5 КОЛЛЕКЦИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОСТАВА ПРИРОДНЫХ СРЕД, РАЗРАБОТАННАЯ В ИНСТИТУТЕ ГЕОХИМИИ СО РАН.243

5.1. Стандартные образцы состава магматических горных пород.246

5.1.1. Стандартный образец состава ультраосновной породы .247

5.1.2. Стандартные образцы состава основных пород. 249

5.1.3. Стандартные образцы пород среднего состава.255

5.1.4. Стандартные образцы изверженных пород кислого состава.258

5.2. Стандартные образцы состава метаморфических пород. 260

5.2.1. Стандартный образец метаморфического сланца ССЛ-1 . 261

5.2.2. Стандартные образцы состава метаморфических карбонатных пород. 262

5.2.3. Стандартные образцы состава пород формации черных сланцев.266

5.3. Стандартные образцы золотосодержащих материалов. 269

5.4. Стандартные образцы современных осадочных пород.273

5.4.1. Речные отложения.274

5.4.2. Стандартные образцы озерных отложений. 278

5.4.3. Континентальные отложения.285

5.5. Стандартные образцы состава золы углей.288

5.6. Пути наращивания коллекции СО состава природных сред.296

5.6.1. Разрабатываемые образцы «геостандартов».296

5.6.2. Разрабатываемые образцы «экостандартов».299

5.6.3. Системная разработка оптимальной коллекции образцов природных сред региона оз.Байкал .303

5.7. Выводы к главе.308

Глава 6 ПРИМЕНЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДОСТОВЕРНОСТИ АНАЛИТИЧЕСКИХ ДАННЫХ (В ГЕОХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЯХ).311

6.1. Использование СО в традиционных элементах метрологического обслуживания аналитики.313

6.1.1. Применение СО для контроля точности.313

6.1.2. Применение СО для градуирования методик анализа.317

6.1.3. СО при разработке и аттестации методик анализа. 323

6.1.4. СО и аккредитация (аттестация) аналитических лабораторий.325

6.2. Использование СО для метрологического обеспечения аналитики при выполнении программ различной сложности. 327

6.2.1. Обеспечение надежности аналитических данных в процессе исследований мониторингового характера с применением одной аналитической методики 327

6.2.2. Аналитические программы при межлабораторных экспериментах (МЛЭ) . 333

6.2.3. Погрешности наиболее сложных программ. Идея обязательной минимальной коллекции (ОМК) .339

6.2.4. Построение ОМК.344

6.2.4.1. Общая структура ОМК стандартных образцов.346

6.2.4.2. Оптимальная коллекция СО магматических горных пород. 347

6.2.4.3. Проверка взаимной согласованности.348

6.3. Эффективность применения стандартных образцов в аналитической работе . 355

6.3.1. Использование архива по СО для оценки качества работы лабораторий. . 358

6.3.2. Оценка методов анализа по данным аттестации СО. 359

6.3.2.1. Метод рентгеноспектрального анализа по данным аттестации СО минеральных веществ.359

6.3.2.2. Нейтронно-активационный метод анализа по данным аттестации СО минеральных веществ. . 368

6.4. Выводы к главе.372

Глава 7 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ИНФОРМАЦИИ ПО СТАНДАРТНЫМ ОБРАЗЦАМ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ ГЕОХИМИИ.375

7.1. Оценка среднего состава отдельных природных объектов (установление образа) 377

7.2. Использование информации по стандартным образцам для решения задач геохимческой типизации.382

7.2.1. Стандартные образцы состава вулканических пород и вопросы геохимической типизации эффузитов.383

7.2.2. Редкоземельные элементы в проблеме геохимической типизации гранитоидов (на основе банка данных по стандартным образцам). 387

7.3. Применение информации по стандартным образцам для уточнения оценок содержаний элементов в различных типах горных пород .394

7.3.1. Оценка среднего содержания бериллия в гранитоидах.395

7.3.2. Оценка среднего содержания платины и палладия в некоторых разновидностях пород. 398

7.4. Выводы к главе.400