МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (ВИМС)

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 169-ЯФ

МЕДЬ

Москва
1980

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа Министра геологии № 496 от 29 октября 1976 г.

4. При выполнении анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами и Научным советом по аналитическим методам.

Воспроизводимость и правильность результатов анализа руд и горных пород оценивается согласно Методическим указаниям НСАМ "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ".

Примечание: Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим способом.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Ядерно-физические методы
Инструкция № 169-ЯФ

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ СПОСОБОМ СПЕКТРАЛЬНЫХ ОТНОШЕНИЙ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)
Москва, 1980

В соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29 октября 1976 г. инструкция № 169-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 33 от 30 января 1979 г.)

Председатель НСАМ Г.В.Остроумов

Председатель секции
ядерно-физических методов А.Л.Якубович

Ученый секретарь Р.С.Фридман

Инструкция № 169-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 33 от 30.I.79) и утверждена ВИМСом с введением в действие с I апреля 1980 г.

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ СПОСОБОМ СПЕКТРАЛЬНЫХ ОТНОШЕНИЙ[x/]

Сущность метода

Методика флуоресцентного рентгенорадиометрического определения меди способом спектральных отношений, разработанная Э.Г.Селютиным, И.И.Широким и Е.Я.Ивановым, заключается в измерении интенсивности характеристического излучения меди, возбуждаемого с помощью источника первичного гамма-излучения на основе изотопа кадмий-109 с энергией основной линии 22,2 кэв.

Для регистрации рентгеновского излучения используют ксеноновый счетчик типа СИ IIР-3. Энергетическое разрешение детектора по линии меди должно быть не хуже 16%.

Медь определяют в насыщенных слоях способом спектральных отношений[1,5,6]. За величину спектрального отношения принимают отношение числа импульсов, зарегистрированных в канале, настроенном на характеристическое излучение меди, к числу импульсов, зарегистрированных в канале рассеянного излучения.

Вследствие ограниченного разрешения детектора определению меди мешают железо, кобальт, никель, цинк, галлий, германий. Однако эти элементы за исключением железа содержатся в рудах, для которых рекомендуется настоящая методика, в незначительных количествах и поэтому практически не влияют на определение меди.

---

x/ Внесена Центральной лабораторией Читинского геологического управления.

Мешающее влияние железа обусловлено тем, что оно селективно поглощает характеристическое излучение меди. Кроме того, характеристическое излучение железа вносит свой вклад в интенсивность регистрируемого характеристического излучения меди. В присутствии железа получаются завышенные результаты: 20% железа эквивалентны I% меди. Поэтому при анализе применяют контрольные пробы того же вещественного состава и с таким же содержанием железа, что и анализируемые пробы.

Методика рекомендуется для определения меди в окисленных, сульфидных борнит-халькопиритовых, халькопиритовых и сульфидных гидрометаморфогенных рудах при ее содержании от 0,05 до 5%. Основными компонентами этих руд являются: SiO_2 – 65–67%; Al_2O_3 – 10–12%; Cu – 0,2–3%; Fe_2O_3 – 3,5–4%; CaO – 2,5–4%; MgO – 0,75–1%; TiO_2 – 0,4–0,5%. В отдельных случаях могут быть отклонения: Cu – от сотых до 18%; Fe_2O_3 – 2–12%.

Таблица I

Допустимые[2] и фактические расхождения при определении меди

Содержание меди, %	Допустимые расхождения % отн. ($Д_{доп}$)	Фактические расхождения, % отн. ($Д_{эксп.}$)	Запас точности ($Д_{доп}/Д_{эксп}$)
2 – 4,99	I0	9	I,I
I – I,99	I4	I0,9	I,3
0,5–0,99	20	I4,7	I,4
0,2 – 0,499	30	20	I,5
0,I– 0,I99	40	3I	I,3
0,05 – 0,099	55	4I	I,3

Аппаратура

I. Анализатор РРША-I с измерителем отношений скоростей счета или другая аппаратура аналогичного назначения ("Поиск", "Квант-С" и др.).

2. Радиоизотопный источник кадмий-I09 активностью 5 мКи.

Ход анализа

Ежедневно перед началом измерений настраивают I канал прибора на энергию характеристического излучения меди по металлической пластине, II канал – на энергию однократно рассеянного излучения по "пустой" пробе. "Пустую" пробу готовят из породы, характерной для изучаемого геологического объекта, многократно проанализированной химическим методом и не содержащей меди.

Одновременно настраивают измеритель спектральных отношений таким образом, чтобы число импульсов рассеянного излучения (N_p) во II канале было постоянным. При этом продолжительность экспозиции должна составлять I–I,5 мин.

Затем прибор градуируют по контрольным пробам с известным содержанием меди. В качестве таких проб используют пробы руды изучаемого месторождения, истертые до 200 меш и неоднократно проанализированные химическим и рентгенорадиометрическим методами.

Навеску истертой до 200 меш пробы I5 г насыпают в кювету диаметром 70 мм и толщиной слоя 3 мм. Кювету вставляют в кассетодержатель и подают в штатив под окно детектора. Продолжительность измерения зависит от интенсивности рассеянного излучения и колеблется от одной (бедные руды) до двух (богатые руды) минут. По окончании измерения фиксируют число импульсов, зарегистрированных в I канале (N_X). При постоянном числе импульсов во II канале (N_p) число зарегистрированных импульсов в I канале (N_X) пропорционально величине спектрального отношения $\frac{N_X}{N_p}$.

Вычисление результатов определения

Содержание меди в исследуемых пробах ($C_{пр}$) вычисляют по формуле:

$$C_{пр} = K\,(N_{X_{пр}} - N_{ф}), \qquad (I)$$

где $N_{ф}$ – число зарегистрированных в I канале импульсов при измерении "пустой" породы;

$N_{X_{пр}}$ – число зарегистрированных в I канале импульсов при измерении анализируемой пробы;

К – коэффициент пропорциональности, определяемый по результатам анализа контрольных проб с известным содержанием меди ($Ci_{эт}$);

$$K = \frac{\sum_{1}^{n} Ci_{эт}}{\sum_{1}^{n} (N_{Xэт} - N_{ср})_i} \qquad (2)$$

Формула (I) справедлива в случае прямой пропорциональной зависимости значения ($N_X - N_{ср}$) от содержания меди в пробе (C_{Cu}). Если такой зависимости не существует, содержание меди определяют по градуировочному графику.

Для построения графика используют пробы изучаемого геологического объекта, многократно проанализированные химическим методом и содержащие медь в диапазоне определяемых содержаний. Содержание железа в этих пробах должно соответствовать среднему содержанию железа в рудах данного геологического объекта.

Использование для построения графика проб, изготовленных из смеси химических реактивов, недопустимо.

Форма записи результатов и пример расчета даны в табл.2.

Таблица 2

Форма записи результатов и пример расчета

№№ пп	№№ проб	N_X	$N_X - N_{ср}$	C_{Cu}, %	Примечание
I.	Пустая проба	4I36			
2.	Эталон № I	630I	2I65	0,II	
3.	–"– № 2	I7566	I3430	0,69	
4.	–"– № 3	55I98	5I062	2,57	
5.	–"– № 4	86796	82660	4,08	
6.	85536	7420	3284	0,I6	
7.	85537	7977	384I	0,I9	

$$K = \frac{0,II+0,69+2,57+4,08}{2I65+I3430+5I062+82660} = 0,0000498$$

Проба № 85536: C_{Cu} =0,0000498.3284 = 0,I6%

Проба № 85537: C_{Cu} =0,0000498.384I =0,I9%.

Техника безопасности

При выполнении анализа необходимо соблюдать правила техники безопасности, предусмотренные для работы с радиоактивными источниками [3,4].

Литература

I. Леман Е.П. "Рентгенорадиометрический метод опробования месторождений цветных металлов". "Недра", Л., I973.

2. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ. М., ВИМС, I975.

3. Нормы радиационной безопасности (НРБ-76). Атомиздат, М., I978.

4. Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений (ОСП-72). Атомиздат, I973.

5. Плотников Р.И., Пшеничный Г.А. "Флуоресцентный рентгенорадиометрический анализ". Атомиздат, I973.

6. Якубович А.Л., Зайцев Е.И., Пржиялговский С.М. "Ядерно-физические методы анализа минерального сырья". Атомиздат, М., I973.

Изъятые из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52-Х № 53-Х	№ I03-Х
№ 92-Х	№ II3-Х
№ 90-Х	№ II5-Х
№ 9-ЯФ	№ II6-ЯФ
№ I3-Х	№ II9-Х
№ I07-С	№ I4I-С
№ 8-С	№ I50-С
№ 95-ЯФ	№ I58-ЯФ
№ 69-Х	№ I63-Х

Инструкция № [illegible]

Заказ № 114, Л-69428. Подписано к печати 28/V-80 г.

Объем 0,7 уч.-изд.л. Тираж 500

Ротапринт СЭП ВИМС

ВНИСЕНО
Научным советом по аналитическим методам
1.XII.1974г.

"[illegible]"
Начальник управления научно-исследовательских организаций Мингео СССР, член коллегии
25 декабря 1974г. Н.П.ЛАВЕРОВ

КЛАССИФИКАЦИЯ

ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Категория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Коэффициент к допустимому среднеквадратичному отклонению
I	Особо точный анализ	Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения, регламентируемого инструкцией внутрилабораторного контроля[x] (см. Приложение)	0,33
II	Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	-
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,I%, должна лежать в интервале 99,5±I,50%	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,0I%, должна лежать в интервале 99,9±I,50%	
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения	0,33
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения	I
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,I%, должна лежать в интервале 99,5±0,80%	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,0I%, должна лежать в интервале 99,9±0,80%	
III	Анализ рядовых проб	Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
IV	Анализ технологических продуктов	Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	I-2
V	Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
VI	Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
VII	Полуколичественный анализ		Воспроизводимость определения 4-10 цифр (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68%
VIII	Качественный анализ		Точность определения не нормируется

x) См. Методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", М.,ВИМС, 1975 г.

gost.e-ecolog.ru