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




Научный совет по аналитическим методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 154-ЯФ

# АЛЮМИНИЙ И КРЕМНИЙ

Москва
1978

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 № 154-ЯФ

# АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ И КРЕМНИЯ В ПРОБАХ АЛЮМИНИЕВЫХ РУД И АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ ПОРОД С ПОМОЩЬЮ ГЕНЕРАТОРА БЫСТРЫХ НЕЙТРОНОВ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)
Москва, 1978

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 154-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб – III категория.

(Протокол № 28 от 19 января 1976 г.)

Председатель НСАМ Г.В.Остроумов

Председатель секции ядерно-физических методов А.Л.Якубович

Ученый секретарь Р.С.Фридман

Инструкция № 154-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 28 от 19.I.76г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с...1.IV.78.....

# АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ И КРЕМНИЯ В ПРОБАХ АЛЮМИНИЕВЫХ РУД И АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ ПОРОД С ПОМОЩЬЮ ГЕНЕРАТОРА БЫСТРЫХ НЕЙТРОНОВ[x)]

## Сущность метода

Нейтронно-активационная методика определения алюминия и кремния с помощью генератора быстрых нейтронов, разработанная В.А.Касаткиным, Ю.Г.Чулановым и Д.И.Лейпунской, заключается в облучении исследуемых проб потоком нейтронов с энергией 14 МэВ и в измерении интенсивности гамма-излучения радиоактивных изотопов $^{27}Mg$ и $^{28}Al$, образующихся по реакциям ( n , p ) при активации стабильных изотопов алюминия и кремния (табл.I).

При этом используют режим кратковременных облучений (менее 5 мин.), благоприятный для избирательной активации алюминия и кремния.

Порошковые пробы (20-25 г) помещают в плотно закрывающиеся полиэтиленовые ампулы (контейнеры), взвешивают и облучают нейтронами вблизи мишени генератора нейтронов.

Для контроля плотности потока нейтронов и учета возможных ее изменений одновременно с анализируемыми пробами или эталонами облучают алюминиевые мониторы, форма которых идентична с формой внутренней полости ампулы. Ампулы с пробами и мониторы доставляют в зону облучения и к измерительной аппаратуре с помощью пневмопочты.

Наведенную радиоактивность мониторов и проб измеряют

---

x) Внесена в НСАМ лабораторией прецизионного анализа и партией № 5 ОМЭ ВНИИЯГГ.

последовательно с помощью гамма-спектрометра, состоящего из спектрометрического датчика с кристаллом NaJ(Tℓ) размером не менее 63х63 мм и двух одноканальных анализаторов.

Таблица I

Реакции активации и параметры, характеризующие гамма-излучение радиоактивных изотопов, образующихся при взаимодействии нейтронов ( $E_н \simeq 14$ МэВ) с ядрами стабильных изотопов алюминия и кремния[1].

| Элемент | Реакция | Период полураспада | Макросечение активации $см^2/г$ | Энергия $\gamma$-излучения, МэВ (выход на распад, %) | |
|---|---|---|---|---|---|
| Алюминий | $^{27}Al(n,p)^{27}Mg$ | 10,0 мин | $1,56.10^{-3}$ | 1,015<br>0,843 | (30%)<br>(70%) |
| | $^{27}Al(n,\alpha)^{24}Na$ | 15,0 час | $2,62.10^{-3}$ | 2,75<br>1,37 | (100%)<br>(100%) |
| | $^{27}Al(n,\gamma)^{28}Al$ | 2,3 мин | $1,25.10^{-5}$ | 1,78 | (100%) |
| Кремний | $^{28}Si(n,p)^{28}Al$ | 2,3 мин | $4,95.10^{-3}$ | 1,78 | (100%) |
| | $^{29}Si(n,p)^{29}Al$ | 6,6 мин | $1,01.10^{-4}$ | 2,45<br>1,28 | ( 6%)<br>( 94%) |
| | $^{30}Si(n,\alpha)^{27}Mg$ | 10,0 мин | $1,16.10^{-4}$ | 1,015<br>0,843 | ( 30%)<br>( 70%) |
| | $^{30}Si(n,\gamma)^{31}Si$ | 2,64 час | $3,35.10^{-7}$ | 1,26 | (0,07%) |

Активность пробы измеряют одновременно в двух фиксированных энергетических интервалах. Первый канал (для определения кремния) настраивают на фотопик с $E_\gamma$ = 1,78 МэВ, второй (для определения алюминия) – на фотопик с $E_\gamma$ = 0,84 МэВ.

Активность алюминиевого монитора измеряют перед измерением активности пробы во втором канале, используя независимый пересчетный прибор.

Анализ выполняют относительным методом. Чтобы форма аппаратурных спектров была идентична, временной режим анализа проб и эталонов должен быть постоянным.

Содержание кремния определяют по отсчету импульсов в первом канале; содержание алюминия – по отсчету импульсов

во втором канале за вычетом отсчета от мешающего излучения наведенной активности кремния в этом же канале. Необходимый для этого поправочный коэффициент определяют при анализе кварцевого эталона.

При расчете содержаний учитывают вес проб и эталонов, "мертвое" время измерительной аппаратуры, ослабление веществом пробы потока нейтронов и гамма-квантов, а также присутствие мешающих элементов.

Определению алюминия и кремния мешает ряд элементов. В таблице 2 указаны образующиеся при активации основные мешающие радиоактивные изотопы, период их полураспада и энергия гамма-квантов, а также эквивалентное одному проценту мешающего элемента количество $Al_2O_3$ и $SiO_2$.

Время выдержки, необходимое для распада короткоживущих изотопов (азот-16, фтор-20, фосфор-34), используется для измерения активности алюминиевого монитора.

Основным мешающим элементом при определении кремния является фосфор. Под действием быстрых нейтронов при активации кремния и фосфора образуется один и тот же радиоактивный изотоп. Вклад от активации фосфора составляет 0,5% $SiO_2$ на 1% $P_2O_5$. Для большей части типов алюминиевых руд и алюмо-силикатных пород содержание $P_2O_5$ не превышает десятых долей процента, и систематическая погрешность, связанная с активацией фосфора, может быть учтена введением поправки на среднее содержание $P_2O_5$ для данного типа пород и руд. Применять настоящую методику для определения кремния в породах и рудах, содержащих более 1% $P_2O_5$, можно только в комплексе с методом, обеспечивающим независимое определение фосфора.

Основным мешающим элементом при определении алюминия является железо, при активации которого образуется радиоизотоп марганец-56 (T= 2,56 ч.), испускающий гамма-кванты с энергией 0,84 МэВ. Вклад от активации железа составляет около 0,1% $Al_2O_3$ на 1% $Fe_2O_3$. Определить содержание железа и рассчитать влияние изотопа марганец-56 можно по результатам повторного измерения с выдержкой более 1 часа, в течение которой мешающий определению железа магний-27 (T=10 мин.), образующийся при активации алюминия, в значительной мере распадается. Однако при этом значительно снижается производитель-

Таблица 2

Основные мешающие элементы при определении алюминия и кремния

| Мешающий элемент | Образующийся радиоизотоп | Период полураспада | Энергия гамма-квантов, МэВ (выход на распад, %) | Количество $Al_2O_3$ ($SiO_2$), эквивалентное 1% мешающего элемента | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | | % $Al_2O_3$ | % $SiO_2$ |
| Кислород | $^{16}N$ | 7,35 сек | 6,13 (68) | Влияние C, Na и S устраняется при выдержке проб после активации в течение 60–70 сек. | |
| Натрий | $^{20}F$ | 11,3 сек | 1,63 (100) | | |
| Сера | $^{34}P$ | 12,4 сек | 2,13 ( 25) | | |
| Магний | $^{25}Na$ | 1,0 мин | 1,61 ( 5)<br>0,98 (15) | 0,023 | $2,10^{-4}$ |
| Фосфор | $^{28}Al$ | 2,3 мин. | 1,78 (100) | - | 1,15 |
| Хлор | $^{37}S$ | 5,1 мин | 3,09 ( 90) | 0,09 | 0,02 |
| Хром | $^{52}V$ | 3,77мин | 1,43 (99,3) | 0,61 | - |
| Марганец | $^{52}V$ | 3,77мин. | 1,43 (99,3) | 0,19 | - |
| Железо | $^{56}Mn$ | 2,56 час. | 2,11 (17,5)<br>1,81 (33,3)<br>0,84 (98,6) | 0,16 | $7,7.10^{-3}$ |
| Стронций | $^{88}Rb$ | 17,7 мин | 1,84 (23) | - | $1,2.10^{-4}$ |
| Цирконий | $^{89m}Zr$ | 4,18 мин | 1,53 (6,6) | 0,02 | - |
| Церий | $^{139m}Ce$ | 1,0 мин | 0,74 (100) | 0,9 | - |

Примечание: Указанные эквиваленты действительны при измерении с кристаллом $NaJ(Tl)$ размером 70x70 мм при временном режиме анализа: облучение – 1 мин., выдержка – 1 мин, измерение – 2 мин.

ность. Целесообразнее определять мешающее влияние железа, комплексируя активационный метод с рентгенорадиометрическим.[12]

Коэффициент для учета вклада железа в наведенную активность алюминия определяют при активации эталонных проб железа.

Из других мешающих элементов заслуживает внимания только хром, так как имеются единичные месторождения бокситов с содержанием хрома 1–2% (обычно содержание хрома находится

на уровне $n \cdot 10^{-2}$%). Поэтому при анализе проб алюминиевых руд неизвестного состава, а также ультраосновных пород, для которых характерны повышенные содержания хрома, необходимо по выборочным пробам установить порядок содержания хрома.

Остальные мешающие элементы, указанные в таблице 2, присутствуют в алюминиевых рудах и алюмосиликатных породах в незначительных количествах ( $n \cdot 10^{-2}$ - $n \cdot 10^{-4}$%) и практически не влияют на результаты анализа.

Методика проверена на пробах алюминиевых руд (каолины, алуниты, нефелиновые сиениты, бокситы) различных месторождений СССР и на стандартных образцах состава горных пород, аттестованных в СССР и во Франции.

Методика рекомендуется для определения алюминия и кремния в алюминиевых рудах и алюмосиликатных породах по II категории при содержании от 10% до 70% глинозема и от 1% до 50% кремнезема при усреднении результатов анализа двух параллельных навесок.

В таблице 3 даны допустимые расхождения для алюминия и кремния[7].

Таблица 3

Допустимые расхождения[7]

| Содержание, % | Допустимые расхождения, % отн. ($\Delta$ доп) |
|---|---|
| $Al_2O_3$ | |
| 60 - 69,9 | 3,0 |
| 50 - 59,9 | 3,5 |
| 40 - 49,9 | 4,5 |
| 30 - 39,9 | 6,0 |
| 20 - 29,9 | 8,0 |
| 10 - 19,9 | 10,0 |
| $SiO_2$ | |
| 40 - 49,9 | 2,8 |
| 30 - 39,9 | 3,6 |
| 20 - 29,9 | 5,4 |
| 10 - 19,9 | 9,0 |
| 5 - 9,9 | 14,0 |
| 2 - 4,9 | 19,0 |
| 1 - 1,9 | 26,0 |

В таблице 4 приведены расхождения между повторными определениями алюминия и кремния по данным авторов инструкции.

Таблица 4

Расхождения между повторными определениями по данным авторов

| Содержание, % | Расхождения[x], отн.% ($\mathcal{D}$ эксп.) | Запас точности ($\frac{\mathcal{D}\ доп.}{\mathcal{D}\ эксп.}$) |
|---|---|---|
| | $Al_2O_3$ | |
| 60 - 69,9 | 2,3 | I,3 |
| 50 - 59,9 | 2,5 | I,4 |
| 40 - 49,9 | 3,0 | I,5 |
| 30 - 39,9 | 4,I | I,5 |
| 20 - 29,9 | 5,7 | I,4 |
| I0 - I9,9 | 9,2 | I,I |
| | $SiO_2$ | |
| 40 - 49,9 | 2,4 | I,2 |
| 30 - 39,9 | 3,0 | I,2 |
| 20 - 29,9 | 3,4 | I,6 |
| I0 - I9,9 | 3,8 | 2,4 |
| 5 - 9,9 | 4,0 | 2,5 |
| 2 - 4,9 | 4,8 | 4,0 |
| I - I,9 | 7,5 | 3,5 |

x) Расхождения между величинами, полученными при усреднении результатов анализа двух параллельных навесок

## Реактивы и материалы

I. $Al_2O_3$ ч.д.а., 200 - 250 г.

2. $Fe_2O_3$ ч.д.а., 200 г (для изготовления 4-6 эталонов).

3. Алюминий металлический марки А-995, 20-25 кг (для изготовления 250-300 мониторов).

4. Кварц оптической чистоты, 700 г (для изготовления 20 - 25 мониторов).

5. Обезвоженное (сухое) трансформаторное масло.

6. Нейтронные трубки НТ-20 для генератора НГИ-9[x].
7. Транспортные полиэтиленовые ампулы К-28.
8. Мониторы – цилиндры, вытачиваемые из алюминия А-995, диаметром 18±0,05 мм, высотой 40 ± 0,05 мм, 250-300 шт.
9. Эталоны. В качестве эталонов используют стандартные образцы состава (СОС) и чистые реактивы.
10. Стандартные образцы состава (СГ-1а, СТ-1а, СГД-1а и др.) с содержанием кремнезема не менее 40% (для изготовления 25-30 эталонов).
11. Стандартные образцы состава бокситы СБ-1, СБ-2 или др. с содержанием $Al_2O_3$ не менее 40% (для изготовления 20-25 эталонов).

## Приготовление эталонов

При определении кремнезема в качестве эталонов применяют порошковые пробы кварца и стандартные образцы состава горных пород с содержанием кремнезема не менее 40%; при определении глинозема – стандартные образцы бокситов.

Для установления мешающего влияния железа и эквивалентных соотношений для других элементов используют эталонные пробы чистых соединений кремния (кварц, карбид кремния), алюминия (порошок $Al_2O_3$ ч.д.а., металлический алюминий А-995) и железа ( $Fe_2O_3$ ч.д.а.).

При использовании в качестве рабочих эталонов алюминиевых вкладышей предварительно определяют содержание $Al_2O_3$ (в %), эквивалентное по измеряемому гамма-излучению содержанию алюминия в материале вкладышей. Среднюю величину эквивалентного содержания $Al_2O_3$ вычисляют по результатам 20-25 параллельных активационных определений, используя в качестве эталонов стандартные образцы состава бокситов.

Применение твердых эталонов кварца также желательно, но из-за сложности их изготовления с необходимой точностью обычно применяют рабочие эталоны, приготовленные на основе порошкового кварца, содержание $SiO_2$ в которых устанавливают по усредненным данным активационного анализа с исполь-

[x] При работе с генераторами откачного типа НГ-160, НГ-150 и др. вместо нейтронных трубок применяются тритиевые мишени.

зованием стандартных образцов состава горных пород. Так как равномерность заполнения и вес порошковых эталонов кварца при их многократном использовании могут измениться, их следует периодически обновлять.

Кварцевые эталоны можно использовать повторно приблизительно через 1,5-2 часа, эталоны железа на следующий день, а эталоны и мониторы из алюминия через 3-4 дня. Такой длительный срок объясняется тем, что при использовании эталонов алюминия образуется относительно долгоживущий радиоактивный изотоп $^{24}Na$ (T= 15 часов), уровень наведенной активности которого на момент прекращения активации составляет около 3% от активности изотопа $^{27}Mg$ (T= 10 мин.), а через три дня снижается до уровня 0,1%.

## Аппаратура и оборудование

1. Генератор нейтронов с энергией 14 МэВ типа НГИ-9, НГ-160, НГ-150 и др. с плотностью потока в месте облучения проб не ниже $10^7$ нейтр./(см$^2$ . сек) при максимальном изменении величины потока не более 10% отн.в течение времени облучения.

2. Гамма-спектрометр, в состав которого входят:
а) сцинтилляционный детектор $NaJ(Tl)$ размером не менее 63х63 мм;
б) два одноканальных анализатора типа ПД-2;
в) три пересчетных прибора типа ПП-8 или ПС02-2еМ;
г) высоковольтный стабилизированный выпрямитель ВС-22 или ПВ-2.

3. Пневмотранспортное устройство на основе унифицированных элементов автоматизированной системы АРС-28[5].

4. Программное устройство. Блок-схемы компановки гамма-спектрометра, пневмотранспортного и программного устройств, а также необходимые для комплектования изделия даны в приложении 1.

5. Сушильный шкаф СЭШ-3М.

6. Весы аналитические типа ВЛА-200М.

7. Секундомер.

8. Электронная клавишная вычислительная машинка типа "Искра-12", "Электроника" и т.д.

9. Набор стандартных радиоактивных источников типа ОСГИ.
10. Прибор дозиметрического контроля типа "РУП"- 1.

## Ход анализа

### 1. Подготовка проб и эталонов

Высушенные до постоянного веса порошковые пробы (20 - 25 г) помещают в предварительно взвешенные (с точностью до $10^{-2}$ г) и промаркированные полиэтиленовые ампулы типа К-28.[5] Ампулы заполняют в несколько этапов, каждый раз уплотняя материал плотно входящим в них штоком. С поверхности заполненной ампулы кисточкой удаляют прилипшие частицы пробы, надевают крышку и взвешивают. Вес анализируемой пробы составляет разность весов заполненной и пустой ампулы.

Эталонные пробы готовят аналогично и для того, чтобы исключить возможные потери материала при многократном использовании, заваривают ампулы паяльником.

### 2. Подготовка аппаратуры

Измерительную аппаратуру предварительно прогревают[x)] в течение 30-40 минут для установления стационарного режима ФЭУ, устанавливают энергетическую шкалу гамма-спектрометра и раздельно настраивают дифференциальные дискриминаторы первого и второго анализаторов на фотопики с энергией гамма-квантов 1,78 и 0,84 МэВ. При этом анализатор, предназначенный для определения кремния, настраивают на энергетический интервал 1,68 - 1,88 МэВ, в область которого попадает практически весь фотопик с энергией 1,78 МэВ. Второй анализатор, предназначенный для определения алюминия на фоне мешающего гамма-излучения кремния, настраивают на более узкий интервал с границами на уровне 0,5 $N_{макс}$, где $N_{макс.}$ - максимальный отсчет в фотопике с $E_\gamma$ = 0,84 МэВ.

Для калибровки и настройки гамма-спектрометра используют радиоактивные источники, входящие в комплект ОСГИ[2,4].

---

x)Прибор прогревают, помещая радиоактивный источник (например, цинк-65) вблизи датчика на таком расстоянии, чтобы измеряемая интегральная скорость счета составляла около $5.10^3$ имп/сек.

Для настройки на фотопик с $E_\gamma$ = 0,84 МэВ целесообразно дополнительно использовать радиоизотоп марганец-56, который можно получить при облучении эталонов железа. Подготовка генератора нейтронов и порядок работы с ним зависят от типа применяемого генератора и оговариваются в техническом описании генератора.

Как правило, время подготовки аппаратуры составляет для генераторов с отпаянными ускорительными трубками 6--I0 мин., для стационарных генераторов откачного типа - 40 - 60 мин.

Для проверки и корректировки нейтронного потока перед началом анализа выполняют пробный анализ[x)] алюминиевых мониторов потока: измеряемое число импульсов в канале монитора должно составлять 50000 ± I0% отн.

## 3. Определение содержания алюминия и кремния

Ампулы с пробами и мониторами потока закладывают в загрузочное устройство пневмопочты, из которого по команде оператора они последовательно попадают в два параллельных канала блока облучения. Прохождение ампул в каналы блока облучения контролируется фотодатчиками, дающими команды:

включение двигателя, сообщающего двухосевое вращение ампулам с пробами и мониторами в камере блока облучения;

включение потока нейтронов;

запуск таймера программного блока для проведения анализа в определенной временной последовательности.

По истечении 60 секунд с момента запуска программное устройство выдает команду прекратить облучение и остановить вращение камеры блока облучения. После возвращения камеры в исходное положение ампула с монитором через стрелочный путевой распределитель по препаратопроводу доставляется в блок измерения. Через I0 секунд после окончания облучения по команде программного устройства включается третий прибор, регистрирующий активность монитора. Измерение продолжается 50 секунд и заканчивается автоматически по команде "стоп".

x)Временные параметры пробного анализа те же, что и при последующем анализе проб и эталонов.

В течение последующих 10 секунд ампулы с мониторами перемещаются из блока измерения в контейнер для "отработанных" образцов, а ампулы с пробой - из блока облучения в блок измерения. Измерение активности пробы в течение 120 секунд начинается по команде "пуск" одновременно пересчетными приборами первого и второго каналов и заканчивается по команде "стоп", после чего ампула с пробой сбрасывается в контейнер, и программное устройство автоматически возвращается в исходное положение. Оператор вносит показания всех трех пересчетных приборов в журнал.

Программным устройством задается следующий временной режим анализа:

облучение - 0-60 секунд;

измерение активности монитора - 70-120 секунд;

измерение активности пробы - 130-250 секунд;

Продолжительность цикла анализа составляет 250 секунд. За нулевую точку отсчета принимается начало облучения.

Эталонные пробы анализируют аналогично через каждые 10-12 рядовых проб. Таким образом, число эталонов, проанализированных в течение смены для нахождения усредненных калибровочных коэффициентов, составляет не менее шести на каждый определяемый элемент.

Натуральный фон измеряют три раза за смену: в начале, в середине и в конце.

Стабильность работы спектрометра контролируют по скорости счета в первом и втором каналах при измерении активности кварцевых эталонов, анализируемых через каждые 50-60 минут. При отклонении величины отношения скоростей счета в первом и во втором каналах от среднего значения на удвоенную величину статистической погрешности или более выполняют контрольный анализ, и если расхождения подтверждаются, снова настраивают аппаратуру.

## Вычисление результатов анализа

### 1. Учет ослабления потока нейтронов и гамма-квантов веществом пробы

При анализе проб весом от единиц до нескольких десятков граммов с достаточным для практических целей приближе-

нием ослабление потока нейтронов ($E_н$= 14 МэВ) и гамма-квантов можно учитывать на основе использования экспоненциального закона ослабления[13]. Если влияние бета-излучения устраняется с помощью фильтра[x)], суммарный коэффициент ослабления $j$ может быть определен как:

$$j = e^{-\rho((\mu_н + (\mu_\gamma)\frac{d}{2}} \qquad (I)$$

где: $e$ – основание натурального логарифма;

$\rho$ – насыпная плотность пробы, г/см$^3$;

$(\mu_н$ и $(\mu_\gamma$ – массовые коэффициенты ослабления нейтронов и гамма-квантов, см$^2$/г;

$d$ – внутренний диаметр ампул, см.

Массовые коэффициенты ослабления нейтронов с энергией 14 МэВ и гамма-квантов с энергией 0,84 и 1,78 МэВ сравнительно мало зависят от элементарного состава проб, и основной вклад в изменение величины коэффициента ослабления $j$ вносит изменение насыпной плотности (за счет плотности, возможно, на 60%, за счет изменения состава – на 10–12% отн.).

Поэтому для широкого класса пород и руд коррекцию на ослабление потока нейтронов и гамма-квантов можно свести к коррекции на плотность, т.е. на вес проб (объем ампул постоянен). При расчете коррекции следует использовать постоянные массовые коэффициенты ослабления (дифференцировано по типам пород и руд).

Суммарные коэффициенты ослабления потока нейтронов и гамма-квантов рассчитывают по формулам (2) и (3)

$$j_{пр}^{Al} = e^{-P_{пр}\cdot(\mu_{Al}\cdot\frac{d}{2V}} \qquad (2)$$

$$j_{пр}^{Si} = e^{-P_{пр}\cdot(\mu_{Si}\cdot\frac{d}{2V}} \qquad (3)$$

где: $j_{пр}^{Al}$ и $j_{пр}^{Si}$ – коэффициенты для учета ослабления потока при определении содержания алюминия и кремния;

$P_{пр}$ – вес пробы (эталона), г;

$V$ – объем ампулы, см$^3$;

$$(\mu_{Al} = (\mu_н + (\mu_{0,84}$$

$$(\mu_{Si} = (\mu_н + (\mu_{1,78}$$

x) При использовании пневмопочты АРС-23 бета-излучение поглощается стенкой камеры блока облучения и дополнительным алюминиевым экраном толщиной 3 мм.

$\mu_н$ – массовый коэффициент ослабления потока нейтронов с энергией I4 МэВ;

$\mu_{0,84}$ и $\mu_{1,78}$ – массовые коэффициенты ослабления гамма-квантов с энергией 0,84 и I,78 МэВ.

При использовании ампул К-28 ($d$ = I,8 см; V =I0,I79см$^3$) $\frac{d}{2V}$ = 0,0884, и формулы (2) и (3) принимают вид:

$$j_{пр}^{Al} = e^{-0,0884 \cdot P_{пр} \cdot \mu_{Al}} \qquad (2а)$$

$$j_{пр}^{Si} = e^{-0,0884 \cdot P_{пр} \cdot \mu_{Si}} \qquad (3а)$$

Значения коэффициентов $\mu_{Al}$ и $\mu_{Si}$, необходимые для расчета коэффициентов $j_{пр}^{Al}$ и $j_{пр}^{Si}$, даны в таблице 5 для разных типов пород и эталонов.

Таблица 5

Значения коэффициентов $\mu_{Al}$ и $\mu_{Si}$ для различных типов пород и эталонов

| Анализируемые вещества, породы | $\mu_{Si}$, см$^2$/г | $\mu_{Al}$, см$^2$/г |
|---|---|---|
| $Fe_2O_3$ | 0,0677 | 0,0885 |
| $Al_2O_3$ | 0,0770 | 0,0985 |
| $Si_2O_3$ | 0,0786 | – |
| Бокситы | 0,0807 | 0,I020 |
| Нефелиновые сиениты и алюмосиликатные породы | 0,0766 | 0,0977 |

При внутрилабораторном аттестационном анализе вещества рабочих эталонов кварца и металлического алюминия эквивалентные содержания $SiO_2$ и $Al_2O_3$ рассчитывают для значений $j_{эт Al}^{Al}$ = I,0 и $j_{эт Si}^{Si}$ = I,0.

При последующем использовании этих эталонов для определения алюминия и кремния коррекцию на ослабление потока нейтронов и гамма-квантов в эталоне не рассчитывают, т.к. используют эквивалентные содержания.

При проведении аттестационного анализа рабочих эталонов в качестве опорных эталонов желательно использовать стандарт-

ные образцы состава, близкие по плотности к анализируемым пробам. Если насыпная плотность меняется в пределах $\pm$ I0%, можно использовать постоянные коэффициенты $j^{Al}$ и $j^{Si}$, рассчитанные для средних значений насыпной плотности. При этом возможные дополнительные погрешности не будут превышать 0,2-0,3% отн.

Более детально методика коррекции на поглощение быстрых нейтронов и гамма-квантов дается в работе Дж.Хоста и др.[I3]

## 2. Определение поправочных коэффициентов для учета "мертвого" времени измерительной аппаратуры

I. По методу двух источников[3,6] определяют разрешающее время измерительной установки - $\tau$. Измерения выполняются в интегральном режиме при нулевом пороге дискриминации. При этом радиоактивные источники необходимо располагать на таком расстоянии от детектора, при котором суммарная регистрируемая интенсивность не превышает I5-20 тыс.имп/сек.

2. Коэффициент $\delta$ для введения поправки на "мертвое" время измерительной аппаратуры находят по упрощенной методике, основанной на усреднении поправочных коэффициентов для учета просчетов в начальный и конечный моменты времени. При усреднении используется зависимость, справедливая для измерения активности источников постоянной интенсивности.

Величину $\delta$ рассчитывают по формуле:

$$\delta = 1 + \alpha_{Al}(N'' - \bar{K}N') + \alpha_{Si}N' \qquad (4)$$

где: $\delta$ - поправочный коэффициент;

$N'$ и $N''$ - число импульсов за вычетом фона в первом и втором каналах;

$\alpha_{Al}$, $\alpha_{Si}$ и $\bar{K}$ - постоянные коэффициенты, определяемые при анализе эталонов алюминия и кремния[x)].

Усредненный спектральный коэффициент $\bar{K}$ для учета вклада наведенной радиоактивности кремния во втором канале определяют по результатам многократного анализа кварцевых эталонов:

$$\bar{K} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\frac{N''_{i\,эт\,Si}}{N'_{i\,эт\,Si}} \qquad (5)$$

---

x) Коэффициенты $\alpha_{Al}$ и $\alpha_{Si}$ определяют не реже одного раза в месяц. Коэффициент $\bar{K}$ определяют ежедневно.

где: $n$ – число проанализированных эталонов ( $n \geq 3$ );
$N'_{i\,эт\,Si}$ и $N''_{i\,эт\,Si}$ – число импульсов за вычетом фона, измеренное в первом и втором каналах при анализе i-го эталона кварца.

Для определения коэффициента $\alpha_{Al}$ дифференциальный дискриминатор первого канала переводят в интегральный режим, устанавливают нулевой порог дискриминации и анализируют эталонную пробу металлического алюминия по обычной схеме. Значение $\alpha_{Al}$ находят по формуле:

$$\alpha_{Al} = \frac{\tau \cdot \lambda_{Al} (1+e^{-\lambda_{Al} \cdot t}) N'_{и\,эт\,Al}}{2 \cdot (1-e^{-\lambda_{Al} \cdot t}) N''_{эт\,Al}} \qquad (6)$$

где: $\tau$ – разрешающее время, сек;
$\lambda_{Al} = I,I55.I0^{-3}$ сек$^{-I}$ – постоянная полураспада изотопа магний-27;
$e$ – основание натурального логарифма;
$t$ – время измерения, сек;
$N'_{и\,эт\,Al}$ и $N''_{эт\,Al}$ – число импульсов в первом и втором каналах.

Коэффициент $\alpha_{Si}$ находят аналогично при анализе кварцевого эталона:

$$\alpha_{Si} = \frac{\tau \cdot \lambda_{Si} \cdot (1+e^{\lambda_{Si} \cdot t}) N''_{и\,эт\,Si}}{2 \cdot (1-e^{-\lambda_{Si} \cdot t}) N'_{эт\,Si}} , \qquad (7)$$

где: $\lambda_{Si} = 5,02.I0^{-3}$ сек$^{-I}$ – постоянная полураспада изотопа алюминий-28;
$N'_{эт\,Si}$ – число импульсов в первом канале (дифференциальный режим);
$N''_{и\,эт\,Si}$ – число импульсов во втором канале (интегральный режим при нулевом пороге дискриминации).

Для анализаторов типа ЩБ-2 с детектором $NaJ(Tl)$ разрешающее время установки ( $\tau$ ) составляет $\sim 3.I0^{-6}$ сек. Для рекомендованного временного режима (облучение – 60 сек., выдержка – 70 сек, измерение – I20 сек) расчетные формулы для нахождения коэффициентов $\alpha_{Al}$ и $\alpha_{Si}$ имеют следующий вид:

$$\alpha_{Al} = 2,504.I0^{-8} \frac{N'_{и\,эт\,Al}}{N''_{эт\,Al}} \qquad (6а)$$

$$\alpha_{Si} = I,755.I0^{-8} \frac{N''_{и\,эт\,Si}}{N'_{эт\,Si}} \qquad (7а)$$

При таком способе расчета погрешность определения коэффициента $\delta$ не превышает 5% отн. для интегральных загрузок менее $2.10^4$ имп/сек и продолжительности измерений до 4 минут. При этом возможная максимальная дополнительная погрешность анализа не превышает 0,2% отн.

## 3. Определение калибровочных коэффициентов

Калибровочные коэффициенты $a_{Si}$ и $a_{Al}$ находят по данным, полученным при измерении эталонных проб:

$$a_{Si} = \frac{N'_{эт\,Si} \cdot \delta_{эт\,Si}}{P_{эт\,Si} \cdot N^{M}_{эт\,Si} \cdot j^{Si}_{эт\,Si} \cdot C^{Si}_{эт\,Si}} \qquad (8)$$

$$a_{Al} = \frac{(N''_{эт\,Al} - \bar{K} N'_{эт\,Al}) \cdot \delta_{эт\,Al}}{P_{эт\,Al} \cdot N^{M}_{эт\,Al} \cdot j^{Al}_{эт\,Al} \cdot C^{Al}_{эт\,Al}} \qquad (9)$$

где: $N'_{эт\,Si}$ – число импульсов за вычетом фона, измеренное в первом канале при анализе эталона кремния;

$N'_{эт\,Al}$ и $N''_{эт\,Al}$ – число импульсов за вычетом фона в первом и втором каналах при анализе эталона алюминия;

$P_{эт\,Al}$ и $P_{эт\,Si}$ – вес эталонов алюминия и кремния, г;

$N^{M}_{эт\,Si}$ и $N^{M}_{эт\,Al}$ – число импульсов в канале монитора при анализе эталона кремния и алюминия;

$\delta_{эт\,Si}$ и $\delta_{эт\,Al}$ – поправочные коэффициенты для корректирования просчетов аппаратуры при анализе эталона кремния и эталона алюминия (рассчитываются по формуле 4);

$C^{Si}_{эт\,Si}$ и $C^{Al}_{эт\,Al}$ – эквивалентные содержания $SiO_2$ в эталоне кремния и $Al_2O_3$ в эталоне алюминия;

$\bar{K}$ – усредненный спектральный коэффициент, определяемый при анализе кварцевого эталона;

$j^{Si}_{эт\,Si}$ и $j^{Al}_{эт\,Al}$ – коэффициенты для учета ослабления потока нейтронов и гамма-квантов веществом пробы для эталона кремния и эталона алюминия.

## 4. Определение эквивалентных коэффициентов для учета мешающих элементов

Коэффициент $K^{Si}_{P}$ (для учета мешающей активации фосфора) находят по отношению макросечения реакции $(n,a)$ активации фосфора ($2{,}3.10^{-3}$ см$^2$/г) к макросечению активации

по ( $n,p$ ) реакции кремния ($0{,}95 \cdot 10^{-3}$ см$^2$/г). В пересчете на окислы эквивалентный эффект составляет $\sim$ 0,5% $SiO_2$ на I% $P_2O_5$, т.е. $K_P^{Si} = 0{,}5$.

Коэффициенты $K_{Fe}^{Al}$ и $K_{Fe}^{Si}$ (для учета влияния железа) и $K_{Al}^{Si}$ (для учета активации алюминия при определении кремния[x]) определяют экспериментально при обработке результатов измерений эталонных проб, приготовленных на основе окислов алюминия, кремния и железа[xx].

$$K_{Fe}^{Al} = \frac{N''_{эт\,Fe} - \bar{K} N'_{эт\,Fe}}{P_{эт\,Fe} \cdot N^{M}_{эт\,Fe} \cdot j^{Al}_{эт\,Fe} \cdot C^{Fe}_{эт\,Fe} \cdot \bar{a}_{Al}} \qquad (10)$$

$$K_{Fe}^{Si} = \frac{N'_{эт\,Fe}}{P_{эт\,Fe} \cdot N^{M}_{эт\,Fe} \cdot j^{Si}_{эт\,Fe} \cdot C^{Fe}_{эт\,Fe} \cdot \bar{a}_{Si}} \qquad (11)$$

$$K_{Al}^{Si} = \frac{N'_{эт\,Al} \cdot \delta_{эт\,Al}}{P_{эт\,Al} \cdot N^{M}_{эт\,Al} \cdot j^{Si}_{эт\,Al} \cdot C^{Al}_{эт\,Al} \cdot \bar{a}_{Si}} \qquad (12)$$

где: $N'_{эт\,Fe}$ и $N''_{эт\,Fe}$ – число импульсов за вычетом фона в первом и втором каналах при измерении эталона железа;

$N'_{эт\,Al}$ – число импульсов за вычетом фона в первом канале при измерении эталона алюминия;

$\bar{K}$ – усредненный спектральный коэффициент, определяемый при анализе кварцевых эталонов по формуле (5);

$P_{эт\,Fe}$ и $P_{эт\,Al}$ – вес эталонов железа и алюминия, г;

$N^{M}_{эт\,Fe}$ и $N^{M}_{эт\,Al}$ – число импульсов в канале монитора при анализе эталонов железа и алюминия;

$\delta_{эт\,Al}$ – коэффициент для учета "мертвого" времени при измерении эталона алюминия[xxx] (рассчитывают по формуле (4));

$C^{Fe}_{эт\,Fe}$ и $C^{Al}_{эт\,Al}$ – содержание $Fe_2O_3$ в эталоне железа и $Al_2O_3$ в эталоне алюминия, %;

---

x) Вводить поправку на активацию алюминия необходимо только при определении кремния в бокситах. Для других типов пород и руд этой поправкой можно пренебречь.

xx) Эквивалентные коэффициенты $K_{Fe}^{Al}$, $K_{Fe}^{Si}$ и $K_{Al}^{Si}$ определяют I раз в месяц.

xxx) Ввиду малой загрузки просчетами измерительной аппаратуры при анализе эталонов железа можно пренебречь.

$j^{Al}_{эт\,Fe}$, $j^{Si}_{эт\,Fe}$ и $j^{Si}_{эт\,Al}$ – коэффициенты для учета ослабления потока нейтронов и гамма-квантов в эталоне железа и в эталоне алюминия;

$\bar{a}_{Al}$ и $\bar{a}_{Si}$ – усредненные калибровочные коэффициенты, определяемые при анализе эталонов алюминия и кремния.

## 5. Вычисление содержания алюминия и кремния

1. По формулам (2) и (3) рассчитывают суммарные коэффициенты ослабления потока нейтронов и гамма-квантов $j^{Al}_{пр}$ и $j^{Si}_{пр}$.

2. Из результатов измерений вычитают средние значения фона.

3. По формуле (4) вычисляют коэффициент $\delta_{пр}$ для учета просчетов измерительной аппаратуры.

4. По формулам (I3) и (I4) рассчитывают содержание алюминия – $C_{Al}$ (% $Al_2O_3$) и кремния – $C_{Si}$ (% $SiO_2$).

$$C_{Al} = \frac{(N''_{пр} - \bar{K} N'_{пр}) \cdot \delta_{пр}}{P_{пр} \cdot N^{м}_{пр} \cdot j^{Al}_{пр} \cdot \bar{a}_{Al}} - \bar{K}^{Al}_{Fe} \cdot C_{Fe} \qquad (I3)$$

$$C_{Si} = \frac{N'_{пр} \cdot \delta_{пр}}{P_{пр} \cdot N^{м}_{пр} \cdot j^{Si}_{пр} \cdot \bar{a}_{Si}} - \bar{K}^{Si}_{Al} \cdot C_{Al} - \bar{K}^{Si}_{Fe} \cdot C_{Fe} - K^{Si}_{P} \cdot \bar{C}_{P_2O_5} \qquad (I4)$$

где: $N'_{пр}$ и $N''_{пр}$ – число импульсов за вычетом фона в первом и втором каналах при измерении активности пробы;

$N^{м}_{пр}$ – число импульсов в канале монитора при анализе пробы[x];

$P_{пр}$ – вес пробы, г;

$C_{Fe}$ – содержание железа в пробе, % $Fe_2O_3$ (определяют независимым методом);

$\bar{C}_{P_2O_5}$ – среднее содержание $P_2O_5$ для анализируемого типа пород и руд, % $P_2O_5$;

$\bar{K}$ – усредненный спектральный коэффициент ($n \geq 3$) для учета вклада от активации кремния во втором канале (опреде-

[x] Если вес мониторов отличается от среднего более чем на 0,I г, величину $N^{м}_{пр}$ в формулах (I3) и (I4) заменяют величиной $\frac{N^{м}_{пр}}{P_м}$, где Рм – вес монитора в граммах.

ляют по формуле 5 при анализе кварцевого эталона);

$\bar{a}_{Al}$ и $\bar{a}_{Si}$ – усредненные( $n \geq 6$ ) калибровочные коэффициенты, рассчитываемые по формулам (8) и (9) при обработке результатов анализа эталонов алюминия и кремния;

$\bar{K}^{Al}_{Fe}$ и $\bar{K}^{Si}_{Fe}$ – усредненные ($n \geq 3$) коэффициенты для учета мешающей активации железа при определении алюминия и кремния (рассчитывают по формулам (10) и (11) при анализе эталонов железа);

$\bar{K}^{Si}_{Al}$ – усредненный ( $n \geq 3$) коэффициент для учета мешающей активации алюминия при определении кремния (рассчитывают по формуле (12) при обработке результатов анализа эталонов кремния и алюминия);

$K^{Si}_{P} = 0,5$ – коэффициент для учета мешающей активации фосфора при определении кремния.

## Техника безопасности

Работа с использованием генераторов нейтронов должна выполняться в соответствии с действующими санитарными правилами.[9,11].

Для приобретения генератора нейтронов и его эксплуатации следует получить разрешение местных органов санитарного надзора.

При работе с генераторами быстрых нейтронов основными вредными факторами являются:

поток быстрых нейтронов;

вторичное гамма-излучение из конструктивных и защитных материалов;

рентгеновское излучение, возникающее при торможении электронов в ускорительной трубке;

наведенная радиоактивность воздуха и конструкций;

наведенная радиоактивность анализируемых проб.

Для стационарных генераторов откачного типа к указанным вредным факторам следует добавить выделение трития из выхлопа форвакуумного насоса и загрязнение тритием конструктивных деталей вакуумной системы установки.

Генератор нейтронов должен размещаться в специально

оборудованном помещении, имеющем принудительную вентиляцию[x].

Защита генератора может быть монолитной или изготовленной из бетонных блоков[xx] (приблизительный размер 20х20х60 см)[8].

Стены внутри помещения должны быть окрашены масляной краской на высоту не менее 2 м от пола. Специальных требований к отделке помещений не предъявляется.

Защитные стенки и перекрытия проектируются и рассчитываются с условием обеспечения допустимого уровня интенсивности ионизирующих излучений в смежных помещениях согласно санитарным правилам ОСП-72[9].

В данном случае определяющим для расчета является нейтронное излучение. При расчете используется исходная формула:

$$f_g = \frac{N}{4\pi R^2} B \cdot e^{-\Sigma x}$$

где $f_g$ [xxx] – допустимая интенсивность потока быстрых нейтронов в расчетной точке, нейтр/(см$^2$сек.);

$N$ – нейтронный поток генератора (полное количество нейтронов, выходящее из мишени), нейтрон/сек;

$R$ – расстояние от места расположения мишени до расчетной точки, см;

$B$ – фактор накопления (для бетона B= 5);

$e$ – основание натурального логарифма;

$\Sigma$ – макроскопическое сечение выведения нейтронов с энергией I4 МэВ (для бетона $\Sigma$ = 0,073 см$^{-1}$);

$x$ – необходимая толщина защитного слоя, см.

Вариант защиты камеры, предназначенной для размещения генератора нейтронов НПИ-9 с потоком $5.10^9$ нейтр/сек, показан на рис.I. Расчет защиты выполнен таким образом, чтобы были обеспечены нормальные условия работы в непосредственной близости у стенок камеры. При такой защите мощность дозы

---

x) Приточно-вытяжная вентиляция предусматривается в соответствии с требованиями СН-245-63.

xx) Бетон марки 400.

xxx) Для категории лиц, допущенных к работе с ионизирующими излучениями, $f_g$ = 20 нейтр/(см$^2$сек) (категория А);
для населения и лиц, не работающих с ионизирующими излучениями, $f_g$=2 нейтр/(см$^2$сек) (категория Б).

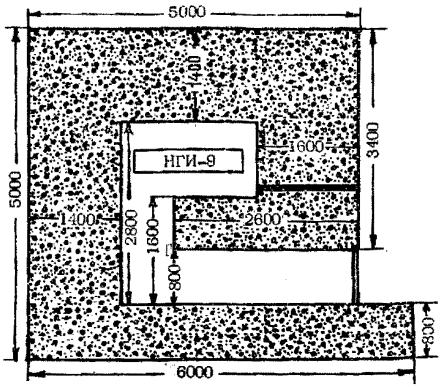


Рис.1. Вариант планировки защитной камеры, предназначенной для размещения генератора нейтронов НГИ-9.

по быстрым нейтронам в непосредственной близости к камере не превышает 1,5 нейтр/(см$^2$сек), т.е. обеспечиваются условия безопасной работы для персонала группы Б (не работающих с ионизирующими излучениями). Мощность дозы по тепловым нейтронам и гамма-излучению радиационного захвата составляет значительно меньшую часть от предельно-допустимого значения и может не приниматься во внимание. Входная дверь в камеру должна быть оборудована блокирующим устройством. Вход в камеру должен иметь световую и звуковую сигнализацию, сблокированную с системой пуска установки и индикатором наличия нейтронов.

Входить в камеру нейтронного генератора разрешается спустя 30 мин. после выключения потока нейтронов.

В ряде блоков генератора нейтронов и измерительной аппаратуры используется высокое напряжение, в связи с чем при эксплуатации необходимо соблюдать правила работы с напряжением выше 1000 в$^{10}$.

Пробы транспортируются на облучение и измерение автоматически с помощью пневмопочты, при этом оператор имеет прямой контакт только с неактивированными, а следовательно, и нерадиоактивными пробами.

Мощность дозы от активированных образцов при рекомендованном режиме анализа на расстоянии 30 см не превышает 0,1 мр/час ( допустимый уровень 2,8 мр/час), что дает возможность безопасного проведения работы без экранирования сборного контейнера защитным материалом.

Если необходимо работать с уже облученными образцами, следует руководствоваться общими правилами работы с открытыми радиоактивными источниками[9]. При этом надо иметь в виду, что при анализе геологических проб общий уровень наведенной радиоактивности в основном определяется образованием короткоживущих изотопов с периодом полураспада менее 10 мин, активность которых быстро уменьшается практически до уровня фона в течение часа.

Вскрытие ампул с пробами допускается только через сутки с момента облучения.

Все лица, поступающие на работу, связанную с обслуживанием и эксплуатацией генераторов нейтронов, должны проходить предварительный и периодический (один раз в год) медицинский осмотр. К работе допускаются лица не моложе 18 лет.

Все вновь поступающие должны быть обучены безопасным методам работы, а также должны пройти специальный инструктаж. Повторный инструктаж на рабочих местах проводится каждые 6 месяцев. Данные о проведении инструктажа и проверке знаний (один раз в год) должны фиксироваться в специальном журнале.

Все лица, принимающие участие в аналитических работах, должны обеспечиваться спецодеждой на общих основаниях.

В помещениях, где расположены генераторы нейтронов и анализирующая аппаратура, запрещается принимать пищу, курить, пользоваться косметическими средствами. Все лица должны иметь индивидуальные дозиметры на основе ИФК или ДК-0,2.

На всех сотрудников должны заполняться индивидуальные карточки, в которых необходимо регистрировать дозы внешнего облучения характеристики воздушной среды и загрязненности поверхности на рабочих местах.

Дозиметрический контроль должен осуществляться дозиметрической службой предприятия, а при ее отсутствии для этих целей приказом руководителя предприятия или учреждения наз-

начается специальное ответственное лицо, знакомое с правилами безопасного проведения работ с генераторами нейтронов и радиоактивными веществами.

Частота и характер проведения необходимых измерений уровней нейтронного и гамма-излучений, аэрозолей и наведенной радиоактивности устанавливаются администрацией по согласованию с местными органами санитарного надзора, исходя из типа генератора нейтронов и особенностей проводимых работ.

## Пример комплектации гамма-спектрометра, пневмотранспортного и программного устройств

### I. Гамма-спектрометр

Измерительная установка состоит из сцинтилляционного датчика и двух одноканальных анализаторов. Блок-схема установки показана на рис.2. Установку собирают из блоков серийной аппаратуры (табл.6).

Таблица 6

Перечень изделий для комплектования измерительной установки

| Наименование изделия | Т и п | Число шт. |
|---|---|---|
| Сцинтилляционный датчик с кристаллом NaJ (Tℓ) 70x70 мм | БДЭГ2-25 | I |
| Одноканальный дифференциальный амплитудный дискриминатор | ПД2-I | 2 |
| Высоковольтный стабилизированный выпрямитель для питания спектрометрических датчиков | ПВ-2-2 | I |
| Пересчетный прибор | ПС02-2еМ | 3 |

Таблица 7

Перечень изделий для комплектования пневмопочты

| Наименование изделия | Т и п | | Число шт. |
|---|---|---|---|
| Блок облучения | БО-28-2 | по еИ0.239.003.ТУ | I |
| Блок измерений | БИ-28А | по еИ0.280.007.ТУ | I |
| Блок распределения (стрелка) | Р-28 | по еИ0.239.002 ТУ | 2 |
| Блок загрузки | Г-28 | по еИ0.239.001 ТУ | I |
| Блок вентилей | БВ-I | по еИ0.885.020 | 3 |
| Индикационный датчик | Ф-28 | по еИ0.320.010 ТУ | 4 |
| Трубы полиэтиленовые | | ТВП[x)] | |
| Блок низковольтного питания | ВСА-5а | | I |

x) Длина полиэтиленовых труб зависит от размеров и формы помещения, в котором находится генератор нейтронов и анализирующая аппаратура.

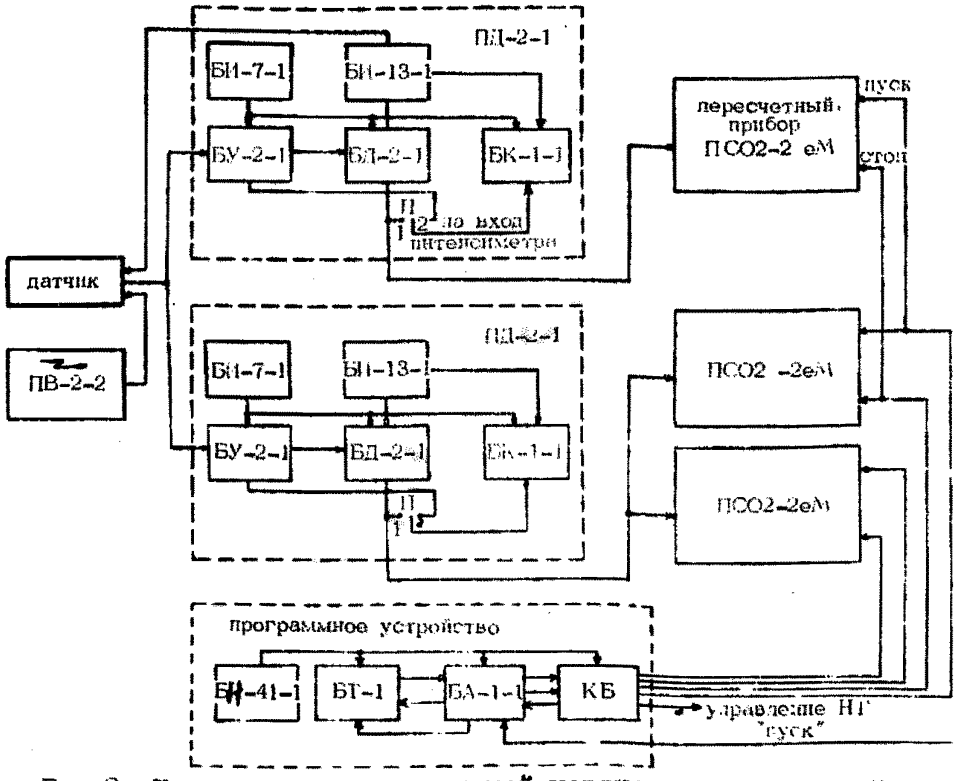


Рис.2. Блок-схема измерительной установки и программного устройства.

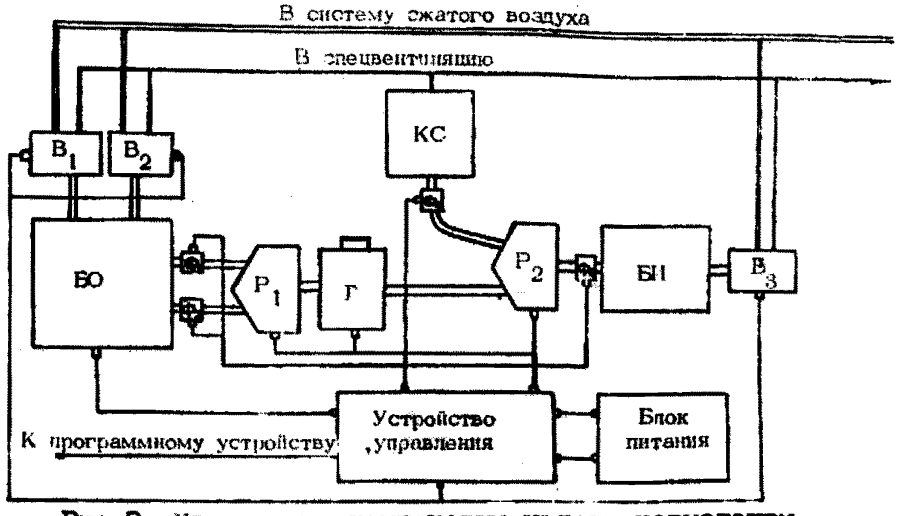


**Рис.3. Блок-схема компановки узлов пневмопочты.**

**БО – блок облучения; БИ – блок измерения; Г – блок загрузки;**
$P_I$ и $P_2$ – **стрелочные путевые распределители;**
КС – контейнер сброса; $B_1$, $B_2$, $B_3$ – **блоки** электропневматических вентилей; $Ф_1$ – $Ф_2$ – **датчики фоторегистраторов.**

## 2. Пневмотранспортное устройство

Для пневмотранспортного устройства используются унифицированные элементы автоматизированной системы АРС-28[5]. Функциональная блок-схема компановки узлов пневмопочты показана на рис.3. Перечень изделий для комплектования пневмопочты дан в табл.7.

## 3. Программное устройство

Работа установки по заданной временной программе должна обеспечиваться программным устройством, которое создается на базе использования блока электронного секундомера БТ-I, блока автоматического управления БА-I и командного блока КБ (см.рис.2), основным элементом которого является шаговый искатель ШИ-25.

Принцип работы программного устройства заключается в следующем: с электронного таймера БТ-I по команде "пуск" непрерывно в течение всего цикла анализа на управляющий вход шагового искателя ШИ-25 поступают импульсы с интервалом 10 сек. При этом подвижный контакт шагового искателя, последовательно замыкаясь с неподвижными в строго заданное время, дублирует включение кнопок "пуск" и "стоп" в пересчетных приборах и в пульте генератора нейтронов. Таким образом, с помощью шагового искателя включается и выключается нейтронный поток и осуществляется запуск и остановка пересчетных приборов.

Электронный таймер БТ-I управляется по двухступенчатой схеме; непосредственное управление БТ-I с помощью блока БА-I и командная связь блока БА-I с пультом управления пневмопочты.

В исходном состоянии схема пропускания таймером БТ-I заперта отрицательным напряжением – 20в, вырабатываемым блоком БА-I в положении "стоп". При этом весьма существенно, что напряжение – 20в подается только в исходном состоянии шагового искателя (через первый неподвижный и подвижный контакты): это необходимо для автоматического возвращения шагового искателя в начальное положение и для исключения возможности преждевременной остановки таймера.

Для автоматического запуска таймера в момент поступле-

ния образца и монитора на облучение используются два реле типа МКУ-48. При этом нормально замкнутые контакты реле включаются параллельно и соответствуют положению "стоп" ручного управления блока БА-1; нормально разомкнутые контакты включаются последовательно и соответствуют положению "пуск"; обмотки реле включаются параллельно индикационным лампочкам, сигнализирующим о нахождении образца и монитора в позиции "облучение". Рекомендуемое включение контактных групп реле обеспечивает автоматический запуск таймера только при одновременном нахождении образца и монитора в камере блока облучения.

Система возвращается в исходное состояние автоматически. Необходимые для комплектования программного устройства детали и изделия перечислены в таблице 8.

Таблица 8

Перечень изделий для комплектования программного устройства

| Наименование изделия | Т и п | Число, шт. |
|---|---|---|
| Блок электронного секундомера | БТ - 1 | 1 |
| Блок управления | БА-1-1 | 1 |
| Блок низковольтного питания | БН-41-1 | 1 |
| Шаговый искатель | ШИ-25 | 1 |
| Реле | МКУ-48 | 2 |
| Каркас блочный | КБК-1 | 1 |
| Блок частичный вставной | БЧ-1 | 1 |

## Пример выполнения анализа

Перед проведением массового анализа проб неизвестного состава выполняют следующую работу:

1) определяют разрешающее время $\tau$ измерительных каналов установки и постоянные коэффициенты $\alpha_{Al}$ и $\alpha_{Si}$, необходимые для расчета поправок на "мертвое" время измерительной аппаратуры;

2) определяют эквивалентные коэффициенты для учета мешающей активации железа, фосфора и др.элементов;

3) выполняют внутрилабораторный аттестационный анализ рабочих эталонов.

## Определение коэффициентов $\alpha_{Al}$ и $\alpha_{Si}$

Коэффициенты $\alpha_{Al}$ и $\alpha_{Si}$ рассчитывают по формулам $(6^a)$ и $(7^a)^{x)}$, используя результаты анализа эталонных проб металлического алюминия и кварца:

$N'_{изт Al} = 775236$ $\quad N''_{эт Al} = 136441$

$N'_{эт Si} = 366161$ $\quad N''_{изт Si} = 2022989$

$$\alpha_{Al} = 2{,}504.10^{-8} \cdot \frac{775236}{136441} = 1{,}42.10^{-7}$$

$$\alpha_{Si} = 1{,}755.10^{-8} \cdot \frac{2022989}{366161} = 0{,}97.10^{-7}$$

## Определение эквивалентных коэффициентов

Все коэффициенты за исключением коэффициента $K_p^{Si}=0{,}5$, необходимые для учета мешающей активации железа при определении алюминия и кремния, а также мешающей активации алюминия в канале кремния, определяют экспериментально многократным анализом эталонных проб, изготовленных на основе окислов кремния, алюминия и железа.

В рассматриваемом примере было проанализировано по три эталона кремния ($SiO_2$), алюминия ($Al_2O_3$) и железа ($Fe_2O_3$) – №№ п/п 2-10 в таблице расчета.

---

x) формулы $(6^a)$ и $(7^a)$ справедливы для разрешающего времени установки $\tau = 3.10^{-6}$ сек и времени измерения 120 сек. Если эти условия нарушаются, то для вычисления $\alpha_{Al}$ и $\alpha_{Si}$ необходимо пользоваться формулами (6) и (7).

Порядок обработки результатов при нахождении постоянных коэффициентов должен быть следующим: K, $a_{Si}$, $a_{Al}$, $K^{Si}_{Al}$, $K^{Al}_{Fe}$, $K^{Si}_{Fe}$. Средние значения коэффициентов определяются усреднением трех результатов. Форма записи дана в таблице. Там же приведены все первичные данные и результаты измерений. Для расчетов используются отсчеты за вычетом натурального фона (нижняя строка в графах 8 и 9). При измерениях активности монитора фоном можно пренебречь.

В рассматриваемом примере вес мониторов различен, и вместо $N^M$ используется $\frac{N^M}{P_M}$ (см. графу 7).

Обработка результатов анализа эталонов кремния

Исходные данные: эталон в ампуле № I, I00%, $SiO_2$ (кварц), вес I6,263 г, монитор Al-I00, вес - 27,543 г.

Вычисляют поправочный коэффициент $j^{Si}$ для учета ослабления потока нейтронов и гамма-квантов по формуле (3[а]) с ($\mu_{Si}$ = = 0,07863 г/см$^2$:

$$j^{Si} = e^{-16,263 \times 0,07863 \times 0,0884} = 0,8932$$

По формуле (5) вычисляют спектральный коэффициент K при $n = I$:

$$K = \frac{68772}{366I2I} = 0,I878$$

По формуле (4) вычисляют поправочный коэффициент $\delta$ для учета "мертвого" времени измерительной аппаратуры:

$$\delta = (I + 0,97.I0^{-7} \cdot 366I2I) = I,0355$$

По формуле (8) вычисляют калибровочный коэффициент $a_{Si}$:

$$a_{Si} = \frac{366I2I \cdot I,0355}{I6,263 \cdot I43I,I \cdot 0,8932.I00} = 0,I8237$$

Аналогично рассчитывают коэффициенты по результатам анализов эталонов в ампулах 3 и 4 и вычисляют среднеарифметические значения:

$$\bar{K} = \frac{0,I878 + 0,I877 + 0,I869}{3} = 0,I875$$

$$\bar{a}_{Si} = \frac{0,I8237 + 0,I8222 + 0,I8255}{3} = 0,I8238$$

## Обработка результатов анализа эталонов алюминия

Исходные данные: эталон в ампуле № 4, I00% $Al_2O_3$, вес - I4,02Iг, монитор AI-I03, вес - 27,436 г

По формуле ($2^a$) вычисляют поправочный коэффициент $j^{Al}$ при $\mu_{Al}$ = 0,09852 см$^2$/г:

$$j^{Al} = e^{-I4,02I \times 0,09852 \times 0,0884} = 0,885I$$

По формуле ($3^a$) вычисляют $j^{Si}$ при $\mu_{Si}$ = 0,07704:

$$j^{Si} = e^{-I4,02I \times 0,07704 \times 0,0884} = 0,9089$$

По формуле (4) вычисляют $\delta$ :

$$\delta = I + I,42.I0^{-7}. 36496 + 0,97.I0^{-7}.I334 = I,0053$$

По формулам (9) и (I2) вычисляют $a_{Al}$ и $K^{Si}_{Al}$ :

$$a_{Al} = \frac{(36746 - 0,I875.I334) \cdot I,0053}{I4,02I \cdot I430,6 \cdot 0,885I.I00} = 0,020666$$

$$K^{Si}_{Al} = \frac{I334 \cdot I,0053}{I4,02I \cdot I430,6 \cdot 0,9089 \cdot I00 \cdot 0,I8238} = 0,004I5$$

Аналогично обрабатывают результаты анализов эталонов в ампулах 6 и 7 и находят среднеарифметические значения:

$$\bar{a}_{Al} = 0,020674 \qquad \bar{K}^{Si}_{Al} = 0,004I4$$

## Обработка результатов анализа эталонов железа

Исходные данные: эталон в ампуле № 7, I00% $Fe_2O_3$, вес - I5,I26 г, монитор Al-I06, вес - 27,I26 г

Вычисляют: $j^{Al}$ при $\mu_{Al}$ = 0,08847 см$^2$/г

$j^{Si}$ при $\mu_{Si}$ = 0,06773 см$^2$/г

$$j^{Al} = e^{-I5,I26 \times 0,08847 \times 0,0884} = 0,8884$$

$$j^{Si} = e^{-I5,I26 \times 0,06773 \times 0,0884} = 0,9I34$$

Принимают $\delta$ = I,0 и рассчитывают по формулам (I0) и (II):

$$K^{Al}_{Fe} = \frac{4782 - 0,I875 \cdot I288}{I5,I26 \cdot I443,7 \cdot 0,8884 \cdot I00 \cdot 0,020674} = 0,II32$$

$$K^{Si}_{Fe} = \frac{I288}{I5,I26 \cdot I443,7 \cdot 0,9I34 \cdot I00 \cdot 0,I8238} = 0,00354$$

Используя результаты анализов эталонов железа в ампулах 7,8, 9, находят средние значения

$$\bar{K}^{Al}_{Fe} = 0,1120 \qquad \bar{K}^{Si}_{Fe} = 0,00349$$

### Внутрилабораторный аттестационный анализ эталонных проб металлического алюминия и кварца[x]

Эквивалентные содержания $SiO_2$ и $Al_2O_3$ в эталонных пробах определяют, используя в качестве эталонов стандартные образцы состава, для которых на основании полученных эквивалентных коэффициентов для фосфора и железа предварительно вычисляют эквивалентные содержания $Al_2O_3$ и $SiO_2$. Например, в стандартном образце в соответствии с паспортом содержится: 46,40% $SiO_2$, 21,60% $Al_2O_3$, 0,26% $P_2O_5$ и 10,1% $Fe_2O_3$ (если содержание железа дано в другой форме, его необходимо пересчитать на $Fe_2O_3$).

Эквивалентное содержание кремния в стандартном образце:

$C_{экв.SiO_2}$ =46,40+0,5.0,26+0,0041 4.21,60+0,00349.10,1 = = 46,65% $SiO_2$.

Эквивалентное содержание алюминия в стандартном образце:

$C_{экв.Al_2O_3}$ = 21,60+0,112.10,1 = 22,73% $Al_2O_3$.

Вычисленные эквивалентные содержания $SiO_2$ и $Al_2O_3$ используют при анализе. Внутрилабораторный аттестационный анализ начинают, как обычно, с измерения натурального фона, затем анализируют около 20–25 серий, состоящих из эталонов $SiO_2$ и $Al$ и стандартных образцов состава (СОС). Последовательность анализов в серии должна быть следующей: эталон кварца, СОС с содержанием $SiO_2$ не менее 40%, СОС бокситов, эталон металлического алюминия[xx] (см.таблицу).

По результатам анализа эталона $SiO_2$ в ампуле 110 по формуле (5) для $n$ = 1 находят:

$$K = \frac{70890}{37801} = 0,1875$$

---

[x] Анализируют каждую новую партию материала, из которого изготовляют эталонные пробы.

[xx] Предполагается, что ампулы с одними и теми же навесками эталонов не используются дважды.

По результатам анализа СОС, содержащего более 40% $SiO_2$ (ампула I0), по формуле ($3^a$)находят:

$$j^{Si} = e^{-0,0884.I5,300.0,0766} = 0,90I8$$

По формуле (4) вычисляют $\delta$ :

$$\delta = I + 0,97.I0^{-7}.I67563+I,42.I0^{-7}(4042I-0,I875.I67563) =$$
$$= I,0I78$$

По формуле (8) находят:

$$a_{Si} = \frac{I67563 \cdot I,0I78}{I5,300.I45I,6 \cdot 0,90I8 \cdot 46,65} = 0,I8253$$

По результатам анализа СОС бокситов (ампула 50) по формулам ($2^a$),(4) и (9) находят:

$$j^{Al} = e^{-0,0844.I8,I2I.0,I02} = 0,8495$$

$$\delta = I + 0,97.I0^{-7}.I4744+I,42.I0^{-7}(27244-0,I875.I4744) =$$
$$= I,0049$$

$$a_{Al} = \frac{(27244 - 0,I875.I4744).I,0049}{I8,I2I \cdot I422 \cdot 0,8495 \cdot 54,2} = 0,020734$$

По результатам анализа кварцевых эталонов вычисляют средние значения $\bar{K}$, по результатам анализа СОС (40% $SiO_2$ и более) вычисляют $\bar{a}_{Si}$ , по результатам анализа СОС бокситов вычисляют $\bar{a}_{Al}$ .

При среднем значении $\bar{a}_{Si}$ рассчитывают по формуле (I4) эквивалентное содержание $SiO_2$ в каждом кварцевом эталоне (при $C_{Al} = 0$; $C_{Fe} = 0$; $\bar{C}_{P_2O_5} = 0$). В рассматриваемом примере $a_{Si} = \bar{a}_{Si}$ , и для эталона в ампуле II0 при $j^{Si} = I,0$ величина $C_{экв}$ вычисляется следующим образом:

$$C_{экв} = \frac{378081,I,0356}{I6,356.I475,5.0,I8253} = 88,88\%\ SiO_2$$

При средних значениях $\bar{K}$ и $\bar{a}_{Al}$ рассчитывают по формуле (I3) эквивалентное содержание $Al_2O_3$ в каждом металлическом эталоне алюминия (при $C_{Fe} = 0$). В рассматриваемом примере (ампула I20) $a_{Al} = \bar{a}_{Al}$ ; $j^{Al} = I,0$ и

$$C_{экв} = \frac{(I25046 - 0,I875.4765).I,0I97}{27,544. I474,I. 0,020734} = I50,38\%\ Al_2O_3$$

Таблица 9

| №№ п.п | Исходные данные: №№ проб | 1) Содерж. $Fe_2O_3$, % 2) Экв.сод. $Al_2O_3$ 3) Экв.сод. $SiO_2$ | 1) №№ ампул 2) вес проб, г | 1) $j^{Al}$ 2) $j^{Si}$ | 1) №№ мониторов 2) Нес, г | Экспериментальные данные: 1) $N^M$ 2) $\frac{N^M}{P_M}$ | 1) $N'$ 2) $N'-N'_ф$ | 1) $N''$ 2) $N''-N''_ф$ | Результаты обработки экспериментальных данных: 1) $\bar{K}(N'-N'_ф)\cdot\Delta$ 2) $N''-N''_ф-\Delta$ | $\delta$ | Содержание $Al_2O_3$, %: без коррекции | с учетом влияния Fe | 1) $\bar{K}^{Si}_{Al}\cdot C_{Al_2O_3}$ 2) $0,5\bar{C}_{P_2O_5}$ | Содержание $SiO_2$, %: без коррекции | с учетом влияния Al, Fe, Г |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| I | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | I0 | II | I2 | I3 | I4 | I5 | I6 |
| 1 | Фон | | | | | 42 | 40 | I00 | | | | | | | |
| | | | | | Определение эквивалентных коэффициентов | | | | | | | | | | |
| 2 | Эт. $SiO_2$ | I00% $SiO_2$ | I | – | Al-I00 | 39418 | 366I6I | 68872 | | | | | | | |
| | | | I6,263 | 0,8932 | 27,543 | I43I,I | 366I2I | 68772 | K= 0,I878 | I,0355 | | | | $a_{Si}$ = 0,I8237 | |
| 3 | –"– | –"– | 2 | – | Al-I0I | 39559 | 367355 | 69045 | | | | | | | |
| | | | I6,304 | 0,8932 | 27,596 | I433,5 | 367315 | 68945 | K=0,I877 | I,0356 | | | | $a_{Si}$ = 0,I8222 | |
| 4 | –"– | –"– | 3 | – | Al-I02 | 39314 | 366706 | 68540 | | | | | | | |
| | | | I6,289 | 0,8932 | 27,496 | I429,7 | 366666 | 68530 | K= 0,I869 | I,0356 | | | | $a_{Si}$ = 0,I8255 | |
| | | | | | Средние значения | | | | $\bar{K}$= 0,I875 | | | | | $\bar{a}_{Si}$ = 0,I8238 | |
| 5 | Эт $Al_2O_3$ | I00% $Al_2O_3$ | 4 | 0,885I | Al-I03 | 39250 | I374 | 36846 | 250 | | | | | | |
| | | | I4,02I | 0,9089 | 27,436 | I430,6 | I334 | 36746 | 36496 | I,0053 | $a_{Al}$ = | 0,020666 | | $K^{Si}_{Al}$ = 0,004I5 | |
| 6 | –"– | –"– | 5 | 0,885I | Al-I04 | 3952I | I365 | 36683 | 248 | | | | | | |
| | | | I3,924 | 0,9089 | 27,6I0 | I43I,4 | I325 | 36583 | 36335 | I,0053 | $a_{Al}$ = | 0,020706 | | $K^{Si}_{Al}$ = 0,004I4 | |
| 7 | –"– | –"– | 6 | 0,885I | Al-I05 | 39393 | I376 | 3688I | 250 | | | | | | |
| | | | I4,03I | 0,9089 | 27,507 | I432,1 | I336 | 3678I | 3653I | I,0053 | $a_{Al}$ = | 0,020649 | | $K^{Si}_{Al}$ = 0,004I4 | |
| | | | | | Средние значения | | | | | | $\bar{a}_{Al}$ = | 0,020674 | | $\bar{K}^{Si}_{Al}$ = 0,004I4 | |
| 8 | Эт. $Fe_2O_3$ | I00% $Fe_2O_3$ | 7 | 0,8884 | Al-I06 | 39I63 | I328 | 4882 | 242 | | | | | | |
| | | | I5,I26 | 0,9I34 | 27,I26 | I443,7 | I288 | 4782 | 4540 | I,0 | $K^{Al}_{Fe}$ = | 0,II32 | | $K^{Si}_{Fe}$ = 0,00354 | |
| 9 | –"– | –"– | 8 | 0,8884 | Al-I07 | 39574 | I296 | 4843 | 243 | | | | | | |
| | | | I5,309 | 0,9I34 | 27,549 | I426,5 | I256 | 4743 | 4500 | I,0 | $K^{Al}_{Fe}$ = | 0,III4 | | $K^{Si}_{Fe}$ = 0,00343 | |
| I0 | –"– | –"– | 9 | 0,8884 | Al-I08 | 39335 | I304 | 4799 | 244 | | | | | | |
| | | | I5,204 | 0,9I34 | 27,503 | I430,2 | I264 | 4699 | 4455 | I,0 | $K^{Al}_{Fe}$ = | 0,II15 | | $K^{Si}_{Fe}$ = 0,00349 | |
| | | | | | Средние значения | | | | | | $\bar{K}^{Al}_{Fe}$ = | 0,II20 | | $\bar{K}^{Si}_{Fe}$ = 0,00349 | |



№ 154-Ф

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | Внутрилабораторный аттестационный анализ рабочих эталонов | | | | | | | | | | |
| 11 | Фон | | | | | 42 | 40 | 100 | | | | | | | |
| 12 | Эталон | 100% $SiO_2$ | 110 | - | Al-185 | 40124 | 37812I | 70990 | | | | | | | |
| | | | I6,356 | I,0 | 27,194 | I475,5 | 378081 | 70890 | K=0,1875 | I,0356 | | | | | |
| | | | | | | | | $K = \frac{70890}{37801} = 0,1875$ | | | | $C_{экв} = \frac{37806I \cdot I,0356}{I6,356 \cdot I475,5 \cdot 0,I8253} = 88,88\%\ SiO_2$ | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | $C_{экв.SiO_2} = 88,88\%$ |
| I3 | Стандарт | 22,73% $Al_2O_3$ | I0 | 0,8765 | Al-I09 | 39706 | I67603 | 40521 | 3I4I8 | | | | | | |
| | | 46,65% $SiO_2$ | I5,300 | 0,90I8 | 27,354 | I45I,6 | I67563 | 40421 | 9003 | I,0178 | | $a_{Al} = 0,020347$; $a_{Si} = 0,I8253$ | | | |
| | | | | | | | | | | | | $a_{Si} = \frac{I67563 \cdot I,0I78}{I5,300 \cdot I45I,6 \cdot 0,90I8 \cdot 46,65} = 0,I8258$ | | | |
| I4 | Стандарт (боксит) | 54,2% $Al_2O_3$ | 50 | 0,8495 | Al-I57 | 3925I | I4784 | 27344 | 2764 | | | | | | |
| | | 3,58% $SiO_2$ | I8,I2I | 0,8790 | 27,603 | I422,0 | I4744 | 27244 | 24480 | I,0049 | | $a_{Al} = 0,020734$; $a_{Si} = 0,I8272$ | | | |
| | | | | | | | | | | | | $a_{Al} = \frac{(27244 - 0,1875 \cdot I4744) \cdot I,0049}{I8,I2I \cdot I422,0 \cdot 8495 \cdot 54,2} = 0,020734$ | | | |
| I5 | Эталон | алюминия | I20 | I,0 | Al-I79 | 39986 | 4805 | I25I46 | 893 | I,0197 | | $C_{экв} Al_2O_3 = I50,38\%$ | | | |
| | | металлич. | 27,544 | - | 27,I26 | I474,I | 4765 | I25046 | I24I53 | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | $C_{экв} = \frac{(I25046 - 0,1875 \cdot 4765) \cdot I,0197}{27,544 \cdot I474,1 \cdot a_{Al}} = I50,38\%\ Al_2O_3$ | | | |

Рядовой анализ

По результатам анализа эталонов установлено: $\bar{K} = 0,1875$, $\bar{a}_{Si} = 0,18238$, $\bar{a}_{Al} = 0,020674$
фон $N'_{ср} = 40$; $N''_{ср} = 100$

Анализируемые пробы: бокситы данного месторождения имеют среднее содержание $P_2O_5 = 0,2\%$;
содержание железа (по данным РФА) 23,16% $Fe_2O_3$; $(\mu_{Al} = 0,102\ см^2/г$; $(\mu_{Si} = 0,0807\ см^2/г$ (см.табл.5)

| | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| I6 | 3067-I | 23,18 | 205 | 0,8502 | Al-I96 | 40316 | 4016 | 29026 | 745 | | | | - 0,24 | | |
| | | - 2,60 | I8,002 | 0,8795 | 27,803 | I450,0 | 3976 | 28926 | 28181 | I,0044 | 6I,69 | 59,09 | - 0,I0 | 0,95 | 0,59 |
| | | - 0,08 | | | | | | | | | | | | | |
| I7 | 3067-II | 23,18 | 206 | 0,8502 | Al-I97 | 40295 | 409 | 28914 | 760 | | | | -0,24 | | |
| | | - 2,60 | I8,I03 | 0,8795 | 27,645 | I457,0 | 4054 | 28814 | 28054 | I,0044 | 60,75 | 58,I5 | -0,I0 | 0,96 | 0,54 |
| | | - 0,08 | | | | | | | | | | | | | |

№ I54-69

Пример расчета

1) По формулам (2а) и (3а) вычисляют коэффициенты $j^{Al}$ и $j^{Si}$

$$j^{Al} = e^{-0,0884.18,002.0,102} = 0,8502$$

$$j^{Si} = e^{-0,0884.18,002.0,0807} = 0,8795$$

2) Рассчитывают поправки: на активацию железа

23,18.0,1120= 2,60% $Al_2O_3$

23,18.0,00349= 0,08% $SiO_2$

на активацию фосфора

0,5.0,2= 0,10% $SiO_2$

на активацию алюминия в канале кремния

0,00414.59,09= 0,24% $SiO_2$

3) По формуле (4) находят коэффициент $\delta$ :

$$\delta = 1+0,97.10^{-7} \cdot 4054 + 1,42(28814 - 0,1875.4054) = 1,0044$$

4) По формулам (13) и (14) находят содержания алюминия и кремния для первой навески:

$$C_{Al_2O_3} = \frac{(28926 - 0,1875.3976) \cdot 1,0044}{18,002 \cdot 0,8502.1450.0,020674} - 2,60 = 59,09\%$$

$$C_{SiO_2} = \frac{3976 \cdot 1,0044}{18,002.0,8795.1450.0,18238} - 0,10 - 0,08 - 0,24 = 0,53\%$$

5) Аналогично обрабатывают результаты измерений, полученные при анализе второй навески, и находят:

$C_{SiO_2}$= 0,54% $C_{Al_2O_3}$ = 58,15%

6) Вычисляют средние значения:

$\overline{C}_{SiO_2}$ = 0,54% $\overline{C}_{Al_2O_3}$ = 58,62%

Эквивалентные содержания $SiO_2$ и $Al_2O_3$, полученные для эталонов, усредняют и используют при последующем анализе проб неизвестного состава.

Рядовой анализ проб неизвестного состава

Содержания $Al_2O_3$ и $SiO_2$ в анализируемых пробах определяют аналогично: измеряют фон, анализируют кварцевые эталоны, по результатам измерений которых определяется $\bar{K}$ (при $n \geq 3$) и $\bar{\alpha}_{Si}$ (при $n \geq 6$) для конкретного дня измерения; анализируют эталоны металлического алюминия и находят $\bar{\alpha}_{Al}$ (при $n \geq 6$) для того же дня измерения. Анализируют две параллельные навески пробы, в каждой из которых определяют $Al_2O_3$ и $SiO_2$. Результаты усредняют. Пример расчета результатов анализа приведен в конце табл.9.

Литература

1. Алиев А.И. и др. Ядерно-физические константы для нейтронного активационного анализа (справочник). Атомиздат, М.,1969.

2. Вартанов Н.А., Самойлов П.С. Прикладная сцинтилляционная гамма-спектроскопия. Атомиздат, М., 1969.

3. Гольданский В.И. и др. Статистика отсчетов при регистрации ядерных частиц. Физматиздат, М.,1959.

4. Горбушина Л.В. и др. Радиометрия и ядерная геофизика. Изд-во "Недра", М., 1971.

5. Комплекс аппаратуры АРС для автоматизации активационного анализа. В.О. "Изотоп", М.,1972.

6. Межиборская Х.Б. и др. Анализ радиоактивных руд гамма-методом. Атомиздат, М.,1960.

7. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ., М., ВИМС, 1975.

8. Николаенко О.К., Штань А.С. Установка для нейтронно-активационного анализа на кислород. Атомная энергия, т.23 вып.5, с.472, 1967.

9. Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений ОСП-72. М., Атомиздат, 1973, 55.

10. Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей. М., Атомиздат, 1975.

11. Санитарные правила размещения и эксплуатации генераторов нейтронов № 673-67 (СП № 673-67). М., Атомиздат.

12. Флуоресцентный рентгенорадиометрический метод определения железа в кварцитовых рудах и продуктах их переработки. Инструкция НСАМ № 84-ЯФ. М., ВИМС, 1969.

13. Hoste J. et al. CRC activation analysis. London, Butterworths, 1971.

| Изъятые из употребления инструкции | Заменяющие их инструкции |
|---|---|
| № 52 - Х<br>№ 53 - Х | № 103 - Х |
| № 92 - Х | № 113 - Х |
| № 90 - Х | № 115 - Х |
| № 9 - ЯФ | № 116 - ЯФ |
| № 13 - Х | № 119 - Х |
| № 107 - С | № 141 - С |
| № 8 - С | № 150 - С |
| № 95-ЯФ | № 158-ЯФ |

Заказ № 34. Л-93963. 17/УП-78г. Объем 2,4 уч.-изд.л.
Тираж 450

Ротапринт ОЭП ВИМСа

ВИМС
Научным советом по аналитическим методам
I.XI.1974г.

"УТВЕРЖДАЮ"
Начальник управления научно-исследовательских организаций Мингео СССР, член коллегии
25 декабря 1974г. Ч.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-I0 цифр (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68% |
| VIII | Качественный анализ | | Точность определения не нормируется |

Точность определения

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

gost.e-ecolog.ru