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

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 148—ЯФ

# ВОЛЬФРАМ

Москва
1977

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 № 148—ЯФ

# НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОЛЬФРАМА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ И МИНЕРАЛАХ С ОБЛУЧЕНИЕМ ПРОБ В ПОТОКЕ НЕЙТРОНОВ ЯДЕРНОГО РЕАКТОРА И С РАДИОХИМИЧЕСКИМ ВЫДЕЛЕНИЕМ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)
Москва, 1977

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964г. инструкция № 148-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория. (Протокол № 28 от 19 января 1976г.)

Председатель НСАМ - Г.В.Остроумов

Председатель секции ядерно-физических методов А.Л. Якубович

Ученый секретарь Р.С. Фридман

Инструкция № 148-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 28 от 19 января 1976г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 ноября 1977 г.

# НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОЛЬФРАМА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ И МИНЕРАЛАХ С ОБЛУЧЕНИЕМ ПРОБ В ПОТОКЕ НЕЙТРОНОВ ЯДЕРНОГО РЕАКТОРА И С РАДИОХИМИЧЕСКИМ ВЫДЕЛЕНИЕМ[x)]

## Сущность метода

Нейтронно-активационная методика определения вольфрама в горных породах и минералах, разработанная М.Б. Ширяевой, Л.Н. Любимовой, Ю.П. Салминым и К.М. Рюминой, заключается в образовании под действием тепловых нейтронов ядерного реактора радиоактивного изотопа вольфрама- 187 (с периодом полураспада 24 часа) из стабильного изотопа вольфрама- 186, последующем радиохимическом отделении вольфрама от мешающих элементов и измерении интенсивности излучения вольфрама- 187 в области фотопика с энергией 686 кэв[1,5].

Пробы и эталоны, упакованные в алюминиевую фольгу, облучают в потоке тепловых нейтронов $1,2 \cdot 10^{13}$ нейтрон/(см$^2$.сек) в течение пяти часов. Время "остывания" составляет не менее трех суток.

Определению вольфрама при измерении гамма-излучения в области 650-720 кэв мешают (завышают результаты) изотопы тех элементов, энергия гамма-излучения которых близка к измеряемой или выше ее (от 600 кэв и более), а также период полураспада которых больше 5-6 часов, вследствие чего они не успевают распадаться за время "остывания". Поэтому вольфрам отделяют от мешающих элементов, осаждая его в виде альфа-бензоиноксимата из 2-3%-ного по серной кислоте раствора[2]. Для осаждения используют 2%-ный и 4%-ный ацетоновые растворы альфа-бензоиноксима. Одновременно с вольфрамом осаждается молибден. Вольфрам вместе с молибденом экстрагируют 30%-ным

x) Внесена лабораторией ядерных и изотопных методов анализа и химико-аналитическим сектором ВИМСа.

раствором трибутилфосфата в бензоле из раствора, 7-8 н. по соляной и 0,2 М по винной кислоте. Для отделения от молибдена вольфрам реэкстрагируют раствором, 3 н. по соляной и 0,2 М по винной кислоте[10]. Молибден остается в органическом слое, который отбрасывают.

Если в пробе содержится 0,01% и более урана, необходимо дополнительно отделить вольфрам от молибдена, образующегося из урана. В этом случае молибден повторно экстрагируют 30%-ным раствором трибутилфосфата в бензоле из раствора, 3 н. по соляной и 0,2 М по винной кислоте. Вольфрам остается в кислотной фазе.

Пробы вскрывают сплавлением с перекисью натрия.

Для получения стабильного выхода вольфрама при его радиохимическом выделении необходимо прибавить носитель (0,5 мг вольфрама) и таким образом увеличить содержание вольфрама, так как при работе с микрограммовыми количествами возможны неконтролируемые потери радиоактивного изотопа $^{187}W$.

Эталоны вольфрама анализируют так же, как и пробы. Потери радиоактивного вольфрама-187 незначительны и одинаковы для пробы и для эталона. Радиохимический выход вольфрама составляет 85± 2%, а для проб, содержащих 0,01% и более урана, - 80 ± 2%.

Гамма-излучение раствора, содержащего вольфрам, измеряют на гамма-спектрометре, в комплект которого входит Ge(Li) - полупроводниковый детектор с рабочим объемом 25-100 $см^3$, установка СЭС-2-03 и многоканальный анализатор типа АИ-256. Удельная активность вольфрама - 187 при выбранных условиях облучения и измерения радиоактивности раствора составляет 17000 имп/сек[x)] на 1 мг вольфрама через пять дней после облучения.

Расчеты и опыт работы показывают, что при определении вольфрама в пробах горных пород и минералов по предлагаемой методике мешающее действие может оказывать только изотоп молибден-99 (+технеций-$99^m$), образующийся из молибдена и урана при отношении молибдена к вольфраму $3,7.10^6$:1 и выше и урана к вольфраму $1,2.10^6$:1 и выше.

x) При использовании детектора типа ДГДК-90 В.

Для стандартной навески 100 мг статистический порог чувствительности метода при определении вольфрама через пять дней после окончания облучения в вышеуказанных условиях равен $5.10^{-6}$% и увеличивается вдвое через каждые 24 часа (см. табл. 1).

Таблица 1

Статистический порог чувствительности метода (при времени облучения 10 часов[x])

| Время остывания сутки | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Статистический порог чувствительности $n.10^{-5}$ % | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 4,0 | 8,0 | 16,0 | 32,0 | 64,0 | 128,0 | 256 |

| 15 | 16 |
|---|---|
| 512 | 1024 |

Расхождения между повторными определениями для содержаний вольфрама от 0,00002 до 0,3% укладываются в допустимые расхождения инструкции по внутрилабораторному контролю (табл. 2) с некоторым запасом точности (см. табл. 3). В таблице 3 показаны фактические расхождения между повторными определениями по данным авторов.

Методика была проверена на пробах гранитоидов, диабазов, порфиритов и породообразующих минералов (магнетита, биотита, мусковита, полевых шпатов, кварца, сфена и касситерита).

Методика рекомендуется для определения вольфрама по III категории в различных горных породах и минералах в интервале содержаний от 0,00002 до 0,3%. При определении бо́льших содержаний ( $n.10^{-1}$% и выше) применяют эталоны с соответствую-

x) Порог чувствительности ухудшается с уменьшением продолжительности облучения.

щими содержаниями вольфрама. В этом случае вольфрам определяют инструментальным (недеструктивным) методом без радиохимического выделения.

Таблица 2

Допустимые расхождения[8]

| Содержание вольфрама, % | Допустимые расхождения, отн. % ($\mathcal{D}_{доп}$) |
|---|---|
| 2 – 4,99 | I8 |
| I – I,99 | 2I |
| 0,5 – 0,99 | 24 |
| 0,2 – 0,499 | 28 |
| 0,I – 0,I99 | 34 |
| 0,05 – 0,099 | 40 |
| 0,02 – 0,049 | 50 |
| 0,0I – 0,0I9 | 65 |
| 0,005 – 0,0099 | 78 |
| 0,002 – 0,0049 | 83 |
| 0,00I – 0,00I9 | 83 |
| 0,0005 – 0,00099 | 83 |

Таблица 3

Расхождения между основными и повторными определениями по данным авторов

| Содержание вольфрама, % | Расхождения, отн. % ($\mathcal{D}_{эксп}$) | Запас точности $\left(\frac{\mathcal{D}_{доп}}{\mathcal{D}_{эксп}}\right)$ |
|---|---|---|
| 2 – 4,99<br>I – I,99<br>0,5 – 0,99<br>0,2 – 0,499<br>0,I – 0,I99 | I5,0 | от 2,27 до I,20 |
| 0,05 – 0,099 | 2I,8 | I,84 |
| 0,02 – 0,049 | 40,6 | I,23 |
| 0,0I – 0,0I9 | 37,9 | I,7I |
| 0,005 – 0,0099 | 25,8 | 3,02 |
| 0,002 – 0,0049 | 4I,I | 2,02 |
| 0,00I – 0,00I9 | 36,2 | 2,29 |
| 0,0005 – 0,00099 | 53,2 | I,56 |
| 0,0002 – 0,00049 | 30,4 | 2,73 |
| 0,000I – 0,000I99 | 50,0 | I,67 |
| 0,00005 – 0,000099<br>0,00002 – 0,000049 | 53,8 | I,53 |

Реактивы и материалы

1. Кислота азотная $d^{x}$ 1,40.
2. Кислота серная d 1,84 и разбавленная 1:1.
3. Кислота соляная d 1,19.
4. Кислота хлорная 57% - ная.
5. Кислота винная, х.ч. или ч.д.а.
6. Едкий натр.
7. Хлористый натрий, 1%-ный водный раствор.
8. Перекись натрия.
9. Альфа-бензоиноксим, 4%-ный ацетоновый раствор- готовят перед употреблением; 2%-ный ацетоновый раствор - хранят в холодильнике или готовят перед употреблением.
10. Ацетон.
11. Спирт ректификат.
12. Трибутилфосфат, разбавленный бензолом[xx] в отношении 1:2.
13. Промывной раствор. К 500 мл воды прибавляют 25 мл серной кислоты 1:1 и 6 мл 2%-ного ацетонового раствора альфа-бензоиноксима.
14. Раствор, 3 н. по соляной кислоте и 0,2 М по винной кислоте (30 г винной кислоты растворяют в 740 мл воды и прибавляют 260 мл соляной кислоты d 1,19. Общий объем раствора- 1 л).
15. Носитель вольфрама - раствор, содержащий 1 мг W в 1 мл. Навеску вольфрамата натрия ($Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$) 0,4 г растворяют в 250 мл воды.
16. Носитель молибдена - раствор, содержащий 1 мг Mo в 1 мл. Навеску молибденовой кислоты ($H_2MoO_4 \cdot H_2O$) 0,5 г растворяют в 250 мл воды.
17. Алюминиевая фольга толщиной 0,2-0,3 мм из алюминия марки А-995.
18. Эталон вольфрама. В качестве эталона используют стандартный образец состава с содержанием вольфрама 0,01% и выше, в зависимости от предполагаемого содержания вольфрама в анализируемом материале.

---

x) d - относительная плотность.

xx) Бензол по возможности следует заменять толуолом.

## Аппаратура и оборудование

1. Многоканальный гамма-спектрометр с Ge(Li) – полупроводниковым детектором[4] объемом 25-100 см$^3$, установкой[16] СЭС -2-03 и многоканальным анализатором типа АИ-256[3]; АИ-4096[9] и др.

2. Свинцовые контейнеры (для перевозки облученных проб)- КЛ-7,0 или КЛ-8,8.

3. Торзионные весы[7] марки ВТ-200 или ВТ-20.

4. Аналитические весы.

5. Свинцовый сейф (для хранения реперных источников и проб) типа ТСЗ, ССП или СЗ.

6. Бокс (для разборки проб) типа БК-НЖ, БК-СТ или др.

7. Секундомер.

8. Инструмент дистанционный типа ИД.

9. Дозиметр[6] марки ДРГ 3-0,1 или РУП-1.

10. Делительные воронки объемом 200 мл.

11. Контейнеры[15] из алюминия марки А-995.

12. Набор образцовых спектрометрических гамма-источников ОСГИ (Б) - реперные источники.

## Ход анализа

### 1. Подготовка проб к облучению

Навески пробы и эталона 100 мг, взвешенные на торзионных весах с точностью не ниже 1%, завертывают в пакетики из алюминиевой фольги высокой чистоты, на которых надписывают иглой номер пробы.

### 2. Упаковка проб в контейнер

В контейнер упаковывают 25 проб, в том числе три эталона. Пробы рассортировывают на группы по предполагаемому содержанию вольфрама и размещают в контейнере таким образом, чтобы пробы с наименьшим содержанием лежали сверху.

Так как содержание вольфрама в пробах определяют относительным методом, а плотность потока тепловых нейтронов вдоль канала реактора может меняться, то эталоны размещают равномерно по всей длине контейнера.

Порядок, в котором укладывают пробы в контейнер, записывают в журнал.

### 3. Облучение проб в реакторе

Пробы облучают в ядерном реакторе в потоке тепловых нейтронов $1,2 \cdot 10^{13}$ нейтрон/(см$^2$·сек) в течение десяти часов.

Время "остывания" проб после облучения должно составлять не менее трех суток. Перевозить облученные пробы необходимо в свинцовом контейнере. Облученные пробы сдают в хранилище, где по истечении времени "остывания" их разбирают в боксе на партии. Число проб в партии зависит от их активности[x].

Все эталоны и пробы вынимают пинцетом и передают на анализ. Прежде всего анализируют эталоны, затем пробы с низким содержанием вольфрама[xx].

### 4. Радиохимическая обработка проб

а) Пробы, содержащие не более 0,01% урана

Пакетик из алюминиевой фольги открывают при помощи пинцета и переносят облученную пробу (или эталон) в железный тигель. Прибавляют 1,5–2 г перекиси натрия и сплавляют в муфеле при температуре темнокрасного каления (600–700° С) до получения сплава, не содержащего твердых частиц. Сплав охлаждают, выщелачивают водой в тигле и переносят в стакан емкостью 400 мл. Содержимое стакана кипятят в течение 3–5 минут и фильтруют через фильтр с белой лентой (∅ 11 см). Стакан и осадок на фильтре промывают 4–5 раз горячим 1%-ным раствором хлористого натрия. Осадок гидроокисей отбрасывают. К фильтрату прибавляют по 0,5 мл (0,5 мг) носителей вольфрама и молибдена, нейтрализуют серной кислотой 1:1 и прибавляют 9 мл серной кислоты 1:1, чтобы раствор был 3%-ным по серной кислоте.

Стакан с раствором помещают в кристаллизатор со льдом и доливают водой до 150 мл. К остывшему раствору прибавляют 15 мл 2%-ного ацетонового раствора альфа-бензоиноксима, тщательно перемешивают стеклянной палочкой в течение 10–15 минут, затем добавляют 5 мл 4%-ного ацетонового раствора альфа-бензоиноксима и продолжают периодически перемешивать раствор

x) Техника безопасности при работе с радиоактивными веществами описана в специальных правилах[11,12] и в последней главе настоящей инструкции.

xx) Для анализа проб с малым содержанием вольфрама посуду, в которой анализировались пробы или эталоны с большим содержанием вольфрама (0,01% и выше), можно использовать только через 10 дней.

в течение часа. Раствор фильтруют на следующий день через фильтр с синей лентой (⌀ 11 см). Фильтрат отбрасывают. Стакан и осадок на фильтре 4–5 раз промывают промывным раствором. Фильтр с осадком помещают в стакан, в котором находился раствор, прибавляют 10 мл азотной кислоты d 1,40 и 2 мл хлорной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают на плитке до выделения паров хлорной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стекло и стенки стакана водой и упаривают содержимое досуха.

К сухому остатку прибавляют три гранулы едкого натра (0,6–0,8 г), 0,8 г винной кислоты, 10 мл воды и нагревают до начала кипения. Остывший раствор переносят в делительную воронку на 200 мл, стакан 3-4 раза обмывают небольшими порциями соляной кислоты d 1,19 (всего 20 мл), сливая ее в ту же делительную воронку. Прибавляют 30 мл 30%-ного раствора трибутилфосфата в бензоле и экстрагируют в течение одной минуты. После расслоения фаз нижний солянокислый слой сливают и отбрасывают.

В делительную воронку прибавляют 30 мл раствора, 3 н. по соляной и 0,2 М по винной кислоте, и реэкстрагируют вольфрам в течение одной минуты. После расслоения фаз солянокислый слой сливают в стакан емкостью 250 мл, упаривают до 1–2 капель и передают на измерение.

б) Пробы, содержащие 0,01% и более урана

Полученный после реэкстракции раствор, содержащий вольфрам (3 н. по соляной и 0,2 М по винной кислоте), переносят в чистую делительную воронку, приливают 30 мл 30%-ного раствора трибутилфосфата в бензоле и экстрагируют молибден в течение одной минуты. После расслоения фаз нижний слой, содержащий вольфрам, сливают в стакан емкостью 250 мл, упаривают до 1–2 капель и передают на измерение.

## 5. Выполнение измерений и обработка результатов

Спектрорадиометрические измерения выполняют на многоканальном полупроводниковом гамма-спектрометре, в комплект которого входят приборы, выпускаемые промышленностью. В табл. 4 показаны возможные варианты компановки гамма-спектрометра.

Таблица 4

Варианты компановки гамма-спектрометра

| №№ пп | Детектор | Спектрометрическая установка | Анализатор | Выводные устройства |
|---|---|---|---|---|
| I. | ДГДК-90В x) | СЭС-2-03 | АИ-256 | БЗ-I5, ЭШ-09 |
| 2. | ДГДК-90 В x) | СЭС 2-03 | АИ-4096 xx) | БЗ-I5 |
| 3. | ДГДК-90 В x) | ВУС-2 и СЭС 2-03 | АИ-4096 xx) | БЗ-I5 |

Для устранения мешающего влияния натурального фона полупроводниковый детектор помещают в свинцовую защиту толщиной не менее 50 мм, а для устранения характеристического излучения свинца (для уменьшения загрузки полупроводникового детектора) ставят дополнительные фильтры из меди и кадмия толщиной от 0,5 до I мм каждый. Расстояние от торца детектора до поверхности свинцовой защиты должно быть не менее 30 см.

Питающее напряжение на все блоки подается в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

В соответствии с параметрами собранного гамма-спектрометра выбирают область определения вольфрама: в нее должен входить основной пик вольфрама 686 кэв, на который должно приходиться не более четырех каналов. При измерении на полупроводниковом детекторе с разрешением 4,5 кэв по линии I332 кэв $Co^{60}$ на АИ-256 эта область составляет от 400 до 2000 кэв.

Выбранную область калибруют, проверяют на линейность не менее чем по трем пикам реперных источников $^{22}Na$, $^{137}Cs$, $^{65}Zn$, $^{88}Y$ и строят калибровочный график зависимости энергии гамма-квантов ( $E_\gamma$ ) от номера канала ( $n$ ). Подбирают такое расстояние от самой активной пробы до датчика, чтобы просчет по "мертвому" времени гамма-спектрометра не превышал I0% по стрелочному индикатору. При отсутствии индикатора необходимо следить, чтобы не ухудшалось разрешение. Желатель-

x) Можно заменить полупроводниковым детектором с рабочим объемом не менее 25 см$^3$.

xx) Можно заменить анализатором АИ-I024.

но разбить все пробы на группы по активности и каждую группу измерять на разных расстояниях от полупроводникового детектора.

Измерения начинают с эталонов и измеряют их ежедневно. Перед измерением партии проб и после окончания измерений определяют натуральный фон, чтобы проконтролировать чистоту поверхности детектора. Время одного измерения не должно превышать 2000 секунд. Начало измерения каждой пробы и эталона записывают с точностью до минуты для введения поправки на распад вольфрама- 187. Результаты измерений гамма-спектров в цифровой форме получают с помощью цифропечатающего устройства.

Обработку гамма-спектров начинают с идентификации фотопиков. Для этого с помощью калибровочного графика определяют энергию фотопиков, а затем по справочникам и атласам гамма-спектров находят элементы, которым они принадлежат.

Содержание вольфрама определяют по пику 686 кэв. Сначала устанавливают границы фотопика, затем активность фотопика J.

$$J = \frac{N - N_{ф}}{t},$$

где $t$ - продолжительность измерения, сек.;

$N$ - площадь фотопика вместе с подставкой (сумма импульсов во всех каналах, определяющих фотопик);

$N_{ф}$ - площадь подставки фотопика. Эту величину вычисляют следующим образом: суммируют импульсы в каналах слева от фотопика[x], делят на число взятых каналов и находят среднюю величину числа импульсов для каналов слева от пика; затем суммируют импульсы в каналах справа от пика и так же находят среднюю величину. Обе полученные величины складывают, делят на два и умножают на число каналов в анализируемом фотопике.

Содержание вольфрама в пробе определяют относительным методом, сравнивая активность фотопика от пробы с активностью этого же фотопика от эталона.

x) Число взятых для расчета каналов зависит от близости гамма-линий мешающих элементов к анализируемому фотопику, но оно должно быть не менее двух.

$$C_{пр} = \frac{Э_{пр} \cdot C_{эт} \cdot P_{эт} \cdot m_{эт} \cdot n_{эт}}{Э_{эт} \cdot P_{пр} \cdot m_{пр} \cdot n_{пр}}$$, где

$C_{пр}$, $C_{эт}$ – содержание вольфрама в пробе и в эталоне, %;

$Э_{пр}$, $Э_{эт}$ – скорость счета в фотопике от пробы и от эталона[x], имп/сек;

$P_{пр}$, $P_{эт}$ – вес пробы и эталона, мг;

$m_{пр}$, $m_{эт}$ – поправка на радиохимический "выход" пробы и эталона, отн. величины;

$n_{пр}$, $n_{эт}$ – поправка на распад вольфрама в пробе и в эталоне, отн. величины.

Так как коэффициент вариации радиохимического "выхода" вольфрама не превышает 5-7%, отношение $\frac{m_{эт}}{m_{пр}}$ можно приравнять к единице.

Если навески пробы и эталона одинаковы, из формулы можно исключить отношение $\frac{P_{эт}}{P_{пр}}$. Таким образом, формула приобретает следующий вид:

$$C_{пр} = \frac{Э_{пр} \cdot C_{эт} \cdot n_{эт}}{Э_{эт} \cdot n_{пр}}$$

При определении вольфрама необходимо вводить поправку на распад. Поправки даны в табл. 7.

Результаты измерения проб и эталонов в течение рабочего дня приводят к моменту начала измерений.

В табл.5 в качестве примера приведены данные, по которым рассчитывается площадь фотопика.

Таблица 5

Данные, полученные на анализаторе

| Номер канала | 70 | 7I | 72 | 73 | 74 | 75 | 76 | 77 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Число импульсов в канале | 94 | 73 | 4I | 42 | 40 | 45 | 73 | II7 |

| Номер канала | 78 | 79 | 80 | 8I | 82 | 83 | 84 | 85 | 86 | 87 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Число импульсов в канале | I87 | 295 | 378 | 328 | I88 | I45 | I47 | 85 | 27 | 23 |

| Номер канала | 88 | 89 | 90 | 9I |
|---|---|---|---|---|
| Число импульсов в канале | 22 | 25 | 20 | 2I |

x) $Э_{эт}$ – средняя величина скорости счета от эталонов, измеренных в начале рабочего дня.

1. Сумма импульсов в канале аналитического пика (76-85):

$$N = 73+117+187+295+378+328+188+145+147+85 = 1943$$

2. Уровень фона слева от пика (72-75 каналы):

$$N_{ф_1} = \frac{41+42+40+45}{4} = 42$$

3. Уровень фона справа от пика (86-91 каналы):

$$N_{ф_2} = \frac{27+23+22+25+20+21}{6} = 23$$

4. Фон для области аналитического пика (76-85 каналы, всего 10 каналов)

$$N_{ф} = \frac{42+23}{2} \cdot 10 = 325$$

5. Число импульсов в аналитическом пике:

$$N - N_{ф} = 1943 - 325 = 1618$$

Форма записи данных, получаемых при измерениях, и пример расчета содержания вольфрама показаны в табл.6

## Техника безопасности

При облучении проб через объединение "Изотоп" доставка облученных проб осуществляется этой организацией. Если же радиоактивные пробы перевозятся организацией, выполняющей анализ, следует руководствоваться соответствующей инструкцией [13].

При работе с радиоактивными веществами необходимо придерживаться общепринятых правил [11, 12] и иметь в виду следующее:

а) При облучении активируются все элементы, входящие в состав пробы, причем образующиеся изотопы имеют самые различные периоды полураспада (от долей секунды до нескольких лет) и испускают бета- и гамма-излучение различной энергии. Ввиду широкой вариации состава геологических проб их активность невозможно предусмотреть заранее: ее определяют с помощью дозиметра ДРГ 3-01 [6] после облучения.

б)При разборке проб в боксе на рабочем месте находятся одновременно до 25 проб и алюминиевый контейнер, а при радиохимической обработке и при измерении - шесть проб или эталонов . Работа относится к Ш классу по количеству активности на рабочем месте. Группа радиотоксичности зависит от состава проб, но в среднем ее можно отнести к группе В.

в) Средняя годовая пропускная способность одной бригады (2-3 чел.) составляет 800-I200 проб, что не превышает по активности I0 кюри. По активности радиоактивных веществ в открытом виде лаборатория относится к Ш категории (без зональной планировки). Можно работать без специальных приспособлений на рабочем месте, но если планируется длительная работа, места выполнения отдельных радиохимических операций следует отделить друг от друга защитными стенками, а перед вытяжным шкафом поставить передвижное свинцовое стекло толщиной 2-4 см.

г) При выполнении анализа на всех стадиях работы радиоактивные вещества находятся в открытом виде: в растворе или в расплаве они менее опасны в смысле перехода их в воздух рабочего помещения, чем в начале радиохимической обработки, когда они находятся в порошкообразном состоянии (при прокаливании).

При работе с радиоактивными пробами необходимо соблюдать следующие правила:

а) Загрязненный свинцовый контейнер, в котором перевозят пробы после облучения, очищают соляной кислотой d I,I9. Кислоту наливают в гнездо контейнера и через 2-3 минуты отсасывают пипеткой с грушей. Гнездо промывают водой и протирают фильтровальной бумагой, чистоту которой затем проверяют.

б) Число проб, помещаемых в контейнер, ограничивают таким образом, чтобы по окончании "остывания" общая активность не превышала 30 мкр/сек (при определении вольфрама - 25 проб и эталонов, так как время "остывания" составляет всего 3-4 дня).

в) Вскрывают контейнер и разбирают пробы в боксе за свинцовой защитой с помощью пинцетов и резиновых перчаток.

г) Пробы и эталоны запрещается брать руками: следует пользоваться пинцетами и резиновыми перчатками.

д) Во избежание распыления озоленных проб разрешается вынимать тигли с пробами из муфеля только после их остывания.

Все приборы должны быть надежно заземлены[I4].

Таблица 6

Форма записи при нейтронном активационком определении вольфрама

| №№ пп | Наименование пробы | Вес пробы P, мг | Сумма импульсов в канале фотопика N | Фон для области фотопика $N_{ф}$ | Число импульсов в пике $N-N_{ф}$ | Продолжительность измерения t, сек | Активность фотопика $J=\frac{N-N_{ф}}{t}$ имп/сек | Время измерения T | Продолжительность распада $\Delta T=T-T_{o}$, мин | Поправка на распад n | Скорость счета, приведенная к $T_{o}$: $J/n$, имп/мин | Содержание вольфрама C,% |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| I. | Эталон № I | I00 | 239II | 48 | 23863 | I00 | 238,63 | $I5^{00}$ | 0 | I | 238,63 | 0,0I2 |
| 2. | Эталон № 2 | I00 | 24548 | 4I | 24507 | I00 | 245,07 | $I5^{I0}$ | I0 | 0,9952 | 246,25 | 0,0I2 |
| 3. | Эталон № 3 | I00 | 23638 | 47 | 23591 | I00 | 235,9I | $I5^{20}$ | 20 | 0,9904 | 238,20 | 0,0I2 |
| 4. | 7 | I00 | 294 | 22 | 272 | I00 | 2,72 | $I5^{47}$ | 47 | 0,9776 | 2,78 | $I,38.I0^{-4}$ |
| 5. | 9 | I00 | 5I6 | 27 | 489 | I00 | 4,89 | $I6^{52}$ | 52 | 0,9753 | 5,0I | $2,5.I0^{-4}$ |
| 6. | Эталон № I | I00 | 23360 | 47 | 233I3 | I000 | 233,I3 | $I6^{05}$ | 65 | 0,9692 | 240,53 | 0,0I2 |
| 7. | Натуральный фон | | 473 | | | | | | | | | |

ПРИМЕЧАНИЕ: I. $T_{o}$ – время начала измерений.

2. При расчете содержания вольфрама в пробах взята средняя скорость счета от эталона :

$$\left(\frac{J_{эт}}{n_{эт/ср}}\right) = \frac{238,63+246,25+238,20+240,53}{4} = 240,9 \text{ имп/сек.}$$

Для пробы № 7: $\frac{J_{пр}}{n_{пр}} = 2,78$; $\frac{J_{эт}}{n_{пр}} = 240,9$; $C_{эт} = 0,0I2$;

$$C_{пр} = \frac{J_{пр} \cdot n_{эт} \cdot C_{эт}}{n_{пр} \cdot J_{эт}} = \frac{2,78.0,0I2}{240,9} = I,38.I0^{-4}$$

Поправки на расчет влияния [illegible] $\tau_{1/2}$ [illegible]

Таблица 1

| Δτ мин | n | τ мин | n | τ мин | n | τ мин | n | τ мин | n | τ мин | n | τ мин | n | τ мин | n | τ мин | n | τ мин | n |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 0 | 1,0000 | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 1 | 0,9995 | 61 | 0,9710 | 121 | 0,9435 | 181 | 0,9166 | 241 | 0,8904 | 301 | 0,8652 | 361 | 0,8404 | 421 | 0,8165 | 481 | 0,7932 | 541 | 0,7705 |
| 2 | 0,9990 | 62 | 0,9706 | 122 | 0,9430 | 182 | 0,9161 | 242 | 0,8900 | 302 | 0,8648 | 362 | 0,8400 | 422 | 0,8161 | 482 | 0,7928 | 542 | 0,7701 |
| 3 | 0,9986 | 63 | 0,9701 | 123 | 0,9425 | 183 | 0,9157 | 243 | 0,8896 | 303 | 0,8643 | 363 | 0,8396 | 423 | 0,8157 | 483 | 0,7924 | 543 | 0,7697 |
| 4 | 0,9981 | 64 | 0,9697 | 124 | 0,9421 | 184 | 0,9152 | 244 | 0,8891 | 304 | 0,8638 | 364 | 0,8392 | 424 | 0,8153 | 484 | 0,7920 | 544 | 0,7694 |
| 5 | 0,9976 | 65 | 0,9692 | 125 | 0,9416 | 185 | 0,9148 | 245 | 0,8887 | 305 | 0,8634 | 365 | 0,8388 | 425 | 0,8149 | 485 | 0,7916 | 545 | 0,7690 |
| 6 | 0,9971 | 66 | 0,9687 | 126 | 0,9412 | 186 | 0,9144 | 246 | 0,8883 | 306 | 0,8630 | 366 | 0,8384 | 426 | 0,8146 | 486 | 0,7912 | 546 | 0,7686 |
| 7 | 0,9966 | 67 | 0,9682 | 127 | 0,9407 | 187 | 0,9139 | 247 | 0,8879 | 307 | 0,8626 | 367 | 0,8380 | 427 | 0,8142 | 487 | 0,7908 | 547 | 0,7683 |
| 8 | 0,9962 | 68 | 0,9678 | 128 | 0,9403 | 188 | 0,9135 | 248 | 0,8875 | 308 | 0,8622 | 368 | 0,8376 | 428 | 0,8138 | 488 | 0,7904 | 548 | 0,7679 |
| 9 | 0,9957 | 69 | 0,9673 | 129 | 0,9398 | 189 | 0,9130 | 249 | 0,8870 | 309 | 0,8617 | 369 | 0,8372 | 429 | 0,8134 | 489 | 0,7900 | 549 | 0,7675 |
| 10 | 0,9952 | 70 | 0,9668 | 130 | 0,9393 | 190 | 0,9126 | 250 | 0,8866 | 310 | 0,8613 | 370 | 0,8368 | 430 | 0,8130 | 490 | 0,7897 | 550 | 0,7672 |
| 11 | 0,9947 | 71 | 0,9664 | 131 | 0,9389 | 191 | 0,9121 | 251 | 0,8862 | 311 | 0,8609 | 371 | 0,8364 | 431 | 0,8126 | 491 | 0,7893 | 551 | 0,7668 |
| 12 | 0,9943 | 72 | 0,9659 | 132 | 0,9384 | 192 | 0,9117 | 252 | 0,8858 | 312 | 0,8605 | 372 | 0,8360 | 432 | 0,8122 | 492 | 0,7889 | 552 | 0,7664 |
| 13 | 0,9938 | 73 | 0,9654 | 133 | 0,9380 | 193 | 0,9112 | 253 | 0,8854 | 313 | 0,8601 | 373 | 0,8356 | 433 | 0,8118 | 493 | 0,7885 | 553 | 0,7660 |
| 14 | 0,9933 | 74 | 0,9650 | 134 | 0,9375 | 194 | 0,9108 | 254 | 0,8850 | 314 | 0,8597 | 374 | 0,8352 | 434 | 0,8114 | 494 | 0,7881 | 554 | 0,7657 |
| 15 | 0,9928 | 75 | 0,9645 | 135 | 0,9371 | 195 | 0,9104 | 255 | 0,8845 | 315 | 0,8592 | 375 | 0,8348 | 435 | 0,8110 | 495 | 0,7878 | 555 | 0,7653 |
| 16 | 0,9923 | 76 | 0,9641 | 136 | 0,9366 | 196 | 0,9099 | 256 | 0,8841 | 316 | 0,8588 | 376 | 0,8344 | 436 | 0,8107 | 496 | 0,7874 | 556 | 0,7649 |
| 17 | 0,9919 | 77 | 0,9636 | 137 | 0,9362 | 197 | 0,9095 | 257 | 0,8837 | 317 | 0,8584 | 377 | 0,8340 | 437 | 0,8103 | 497 | 0,7870 | 557 | 0,7646 |
| 18 | 0,9914 | 78 | 0,9632 | 138 | 0,9357 | 198 | 0,9090 | 258 | 0,8833 | 318 | 0,8580 | 378 | 0,8336 | 438 | 0,8099 | 498 | 0,7866 | 558 | 0,7642 |
| 19 | 0,9908 | 79 | 0,9627 | 139 | 0,9353 | 199 | 0,9086 | 259 | 0,8829 | 319 | 0,8576 | 379 | 0,8332 | 439 | 0,8095 | 499 | 0,7862 | 559 | 0,7638 |
| 20 | 0,9904 | 80 | 0,9622 | 140 | 0,9348 | 200 | 0,9081 | 260 | 0,8825 | 320 | 0,8572 | 380 | 0,8328 | 440 | 0,8091 | 500 | 0,7858 | 560 | 0,7635 |
| 21 | 0,9899 | 81 | 0,9618 | 141 | 0,9344 | 201 | 0,9077 | 261 | 0,8820 | 321 | 0,8568 | 381 | 0,8324 | 441 | 0,8087 | 501 | 0,7855 | 561 | 0,7631 |
| 22 | 0,9895 | 82 | 0,9613 | 142 | 0,9339 | 202 | 0,9072 | 262 | 0,8816 | 322 | 0,8564 | 382 | 0,8320 | 442 | 0,8083 | 502 | 0,7851 | 562 | 0,7627 |
| 23 | 0,9890 | 83 | 0,9609 | 143 | 0,9335 | 203 | 0,9068 | 263 | 0,8812 | 323 | 0,8560 | 383 | 0,8316 | 443 | 0,8079 | 503 | 0,7847 | 563 | 0,7624 |
| 24 | 0,9885 | 84 | 0,9604 | 144 | 0,9330 | 204 | 0,9063 | 264 | 0,8808 | 324 | 0,8556 | 384 | 0,8311 | 444 | 0,8076 | 504 | 0,7843 | 564 | 0,7620 |
| 25 | 0,9880 | 85 | 0,9599 | 145 | 0,9326 | 205 | 0,9058 | 265 | 0,8804 | 325 | 0,8552 | 385 | 0,8307 | 445 | 0,8072 | 505 | 0,7840 | 565 | 0,7616 |
| 26 | 0,9875 | 86 | 0,9595 | 146 | 0,9321 | 206 | 0,9055 | 266 | 0,8800 | 326 | 0,8548 | 386 | 0,8303 | 446 | 0,8068 | 506 | 0,7836 | 566 | 0,7613 |
| 27 | 0,9871 | 87 | 0,9590 | 147 | 0,9317 | 207 | 0,9050 | 267 | 0,8795 | 327 | 0,8543 | 387 | 0,8299 | 447 | 0,8064 | 507 | 0,7832 | 567 | 0,7609 |
| 28 | 0,9866 | 88 | 0,9586 | 148 | 0,9312 | 208 | 0,9046 | 268 | 0,8791 | 328 | 0,8539 | 388 | 0,8295 | 448 | 0,8060 | 508 | 0,7828 | 568 | 0,7605 |
| 29 | 0,9861 | 89 | 0,9581 | 149 | 0,9308 | 209 | 0,9042 | 269 | 0,8787 | 329 | 0,8535 | 389 | 0,8291 | 449 | 0,8056 | 509 | 0,7825 | 569 | 0,7602 |
| 30 | 0,9856 | 90 | 0,9577 | 150 | 0,9303 | 210 | 0,9037 | 270 | 0,8783 | 330 | 0,8531 | 390 | 0,8287 | 450 | 0,8052 | 510 | 0,7821 | 570 | 0,7598 |
| 31 | 0,9852 | 91 | 0,9572 | 151 | 0,9299 | 211 | 0,9033 | 271 | 0,8779 | 331 | 0,8527 | 391 | 0,8283 | 451 | 0,8048 | 511 | 0,7817 | 571 | 0,7594 |
| 32 | 0,9847 | 92 | 0,9567 | 152 | 0,9294 | 212 | 0,9028 | 272 | 0,8775 | 332 | 0,8523 | 392 | 0,8279 | 452 | 0,8044 | 512 | 0,7813 | 572 | 0,7591 |
| 33 | 0,9842 | 93 | 0,9563 | 153 | 0,9290 | 213 | 0,9024 | 273 | 0,8770 | 333 | 0,8519 | 393 | 0,8275 | 453 | 0,8041 | 513 | 0,7810 | 573 | 0,7587 |
| 34 | 0,9837 | 94 | 0,9558 | 154 | 0,9286 | 214 | 0,9020 | 274 | 0,8766 | 334 | 0,8515 | 394 | 0,8271 | 454 | 0,8037 | 514 | 0,7806 | 574 | 0,7583 |
| 35 | 0,9832 | 95 | 0,9554 | 155 | 0,9281 | 215 | 0,9015 | 275 | 0,8762 | 335 | 0,8511 | 395 | 0,8267 | 455 | 0,8033 | 515 | 0,7802 | 575 | 0,7580 |
| 36 | 0,9828 | 96 | 0,9549 | 156 | 0,9277 | 216 | 0,9011 | 276 | 0,8758 | 336 | 0,8506 | 396 | 0,8263 | 456 | 0,8029 | 516 | 0,7798 | 576 | 0,7576 |
| 37 | 0,9823 | 97 | 0,9545 | 157 | 0,9272 | 217 | 0,9007 | 277 | 0,8754 | 337 | 0,8502 | 397 | 0,8259 | 457 | 0,8025 | 517 | 0,7795 | 577 | 0,7576 |
| 38 | 0,9819 | 98 | 0,9540 | 158 | 0,9268 | 218 | 0,9002 | 278 | 0,8750 | 338 | 0,8498 | 398 | 0,8255 | 458 | 0,8021 | 518 | 0,7791 | 578 | 0,7570 |
| 39 | 0,9814 | 99 | 0,9535 | 159 | 0,9263 | 219 | 0,8998 | 279 | 0,8745 | 339 | 0,8494 | 399 | 0,8251 | 459 | 0,8017 | 519 | 0,7787 | 579 | 0,7566 |
| 40 | 0,9809 | 100 | 0,9531 | 160 | 0,9259 | 220 | 0,8994 | 280 | 0,8741 | 340 | 0,8490 | 400 | 0,8247 | 460 | 0,8013 | 520 | 0,7783 | 580 | 0,7563 |
| 41 | 0,9804 | 101 | 0,9526 | 161 | 0,9255 | 221 | 0,8989 | 281 | 0,8737 | 341 | 0,8486 | 401 | 0,8243 | 461 | 0,8009 | 521 | 0,7780 | 581 | 0,7559 |
| 42 | 0,9800 | 102 | 0,9522 | 162 | 0,9250 | 222 | 0,8985 | 282 | 0,8733 | 342 | 0,8482 | 402 | 0,8239 | 462 | 0,8005 | 522 | 0,7776 | 582 | 0,7556 |
| 43 | 0,9795 | 103 | 0,9517 | 163 | 0,9246 | 223 | 0,8981 | 283 | 0,8729 | 343 | 0,8478 | 403 | 0,8235 | 463 | 0,8002 | 523 | 0,7772 | 583 | 0,7552 |
| 44 | 0,9790 | 104 | 0,9512 | 164 | 0,9241 | 224 | 0,8976 | 284 | 0,8725 | 344 | 0,8474 | 404 | 0,8231 | 464 | 0,7998 | 524 | 0,7769 | 584 | 0,7548 |
| 45 | 0,9785 | 105 | 0,9508 | 165 | 0,9237 | 225 | 0,8972 | 285 | 0,8720 | 345 | 0,8470 | 405 | 0,8227 | 465 | 0,7994 | 525 | 0,7765 | 585 | 0,7545 |
| 46 | 0,9781 | 106 | 0,9503 | 166 | 0,9232 | 226 | 0,8968 | 286 | 0,8716 | 346 | 0,8465 | 406 | 0,8223 | 466 | 0,7990 | 526 | 0,7761 | 586 | 0,7541 |
| 47 | 0,9776 | 107 | 0,9499 | 167 | 0,9228 | 227 | 0,8964 | 287 | 0,8712 | 347 | 0,8461 | 407 | 0,8219 | 467 | 0,7986 | 527 | 0,7758 | 587 | 0,7538 |
| 48 | 0,9771 | 108 | 0,9494 | 168 | 0,9223 | 228 | 0,8959 | 288 | 0,8707 | 348 | 0,8457 | 408 | 0,8216 | 468 | 0,7982 | 528 | 0,7754 | 588 | 0,7534 |
| 49 | 0,9767 | 109 | 0,9490 | 169 | 0,9219 | 229 | 0,8955 | 289 | 0,8703 | 349 | 0,8453 | 409 | 0,8212 | 469 | 0,7978 | 529 | 0,7750 | 589 | 0,7530 |
| 50 | 0,9762 | 110 | 0,9485 | 170 | 0,9215 | 230 | 0,8951 | 290 | 0,8699 | 350 | 0,8449 | 410 | 0,8208 | 470 | 0,7974 | 530 | 0,7747 | 590 | 0,7527 |
| 51 | 0,9757 | 111 | 0,9480 | 171 | 0,9210 | 231 | 0,8946 | 291 | 0,8694 | 351 | 0,8445 | 411 | 0,8204 | 471 | 0,7970 | 531 | 0,7743 | 591 | 0,7523 |
| 52 | 0,9753 | 112 | 0,9476 | 172 | 0,9206 | 232 | 0,8942 | 292 | 0,8690 | 352 | 0,8441 | 412 | 0,8200 | 472 | 0,7967 | 532 | 0,7739 | 592 | 0,7520 |
| 53 | 0,9748 | 113 | 0,9471 | 173 | 0,9201 | 233 | 0,8938 | 293 | 0,8686 | 353 | 0,8437 | 413 | 0,8196 | 473 | 0,7963 | 533 | 0,7736 | 593 | 0,7516 |
| 54 | 0,9743 | 114 | 0,9467 | 174 | 0,9197 | 234 | 0,8934 | 294 | 0,8682 | 354 | 0,8433 | 414 | 0,8192 | 474 | 0,7959 | 534 | 0,7731 | 594 | 0,7512 |
| 55 | 0,9738 | 115 | 0,9462 | 175 | 0,9192 | 235 | 0,8930 | 295 | 0,8677 | 355 | 0,8429 | 415 | 0,8188 | 475 | 0,7955 | 535 | 0,7727 | 595 | 0,7509 |
| 56 | 0,9734 | 116 | 0,9457 | 176 | 0,9188 | 236 | 0,8925 | 296 | 0,8673 | 356 | 0,8424 | 416 | 0,8184 | 476 | 0,7951 | 536 | 0,7723 | 596 | 0,7505 |
| 57 | 0,9729 | 117 | 0,9453 | 177 | 0,9183 | 237 | 0,8921 | 297 | 0,8669 | 357 | 0,8420 | 417 | 0,8181 | 477 | 0,7947 | 537 | 0,7719 | 597 | 0,7501 |
| 58 | 0,9724 | 118 | 0,9448 | 178 | 0,9179 | 238 | 0,8917 | 298 | 0,8665 | 358 | 0,8416 | 418 | 0,8177 | 478 | 0,7943 | 538 | 0,7716 | 598 | 0,7498 |
| 59 | 0,9719 | 119 | 0,9444 | 179 | 0,9175 | 239 | 0,8913 | 299 | 0,8660 | 359 | 0,8412 | 419 | 0,8173 | 479 | 0,7939 | 539 | 0,7712 | 599 | 0,7494 |
| 60 | 0,9715 | 120 | 0,9439 | 180 | 0,9170 | 240 | 0,8908 | 300 | 0,8656 | 360 | 0,8408 | 420 | 0,8169 | 480 | 0,7935 | 540 | 0,7708 | 600 | 0,7491 |

№ 148–ЯФ

Литература

I. Атлас нейтронных сечений, Атомиздат, 1959.

2. Гиллебранд В.Ф., Лендель Г.Э., Брайт Г.А., Гофман Д.И. Практическое руководство по неорганическому анализу. Госхимиздат. М., 1957, стр. 701, 333.

3. 256- канальный амплитудно-временной анализатор импульсов типа АИ-256-I. Техническое описание и инструкция по эксплуатации, 1966.

4. Детектор гамма-излучения германиевый дрейфовый ДГД, ДГДК. Техническое описание и паспорт, 1973.

5. Джелепов Б.С., Пекер Л.К., Сергеев В.О. Схемы распада радиоактивных ядер. АН СССР. М., Л., 1963.

6. Дозиметр для измерения средней мощности экспозиционной дозы непрерывного и импульсного рентгеновского и гамма-излучения ДРГ-3-01. Техническое описание и инструкция по эксплуатации, 1973.

7. Инструкция пользования весами торзионными марки ВТ, 1970.

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

9. Многомерный анализатор АИ-4096-ЗМ. Техническое описание, 1973.

10. Москвин Л.П., Щур Л.И., Царицына Л.Г., Мартыш Г.Т. Радиохимия, IX, 3, 377, 1967.

11. Нормы радиационной безопасности НРБ 69 № 821-А-69. Атомиздат, 1972.

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

13. Правила безопасности при транспортировании радиоактивных веществ (ПБТРВ-73). Атомиздат, 1974.

14. Правила технической эксплуатации и безопасности обслуживания электроустановок промышленных предприятий. Госэнергоиздат, 1961.

15. Сборник: "Методы количественного анализа минерального сырья", вып. 13, ВИМС, М., 1971, стр. 16.

16. Спектрометрическая установка СЭС-2-03. Техническое описание и инструкция по эксплуатации. 1973.

| 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 |

Заказ № 44. Л-88420. 20/ХП-77г. Объем 0,8 уч.-изд.л.
Тираж 450

Ротапринт ОЭП ВИМСа

ВНЕСЕНО
Научным советом по аналитическим методам
I.XII.1974г.

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

# К Л А С С И Ф И К А Ц И Я

## 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 | I |
| | | Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале 99,5±1,5% | |
| | | Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале 99,9±1,5% | |
| | | 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 0,1%, должна лежать в интервале 99,5±0,8% | |
| | | Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале 99,9±0,8% | |
| III | Анализ рядовых проб | Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений | I |
| IУ | 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 |
| У | Особо точный анализ геохимических проб | Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений | 0,5 |
| УI | Анализ рядовых геохимических проб | Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения | 2 |
| УII | Полуколичественный анализ | | Воспроизводимость определения 4-10 цифр (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68% |
| УIII | Качественный анализ | | Точность определения не нормируется |

Количественный анализ

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

gost.e-ecolog.ru