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

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 147–ЯФ

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ И СТРОНЦИЙ

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 № 147–ЯФ

НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТРОНЦИЯ, ЛАНТАНА, ЦЕРИЯ, НЕОДИМА, САМАРИЯ, ЕВРОПИЯ, ТЕРБИЯ, ИТТЕРБИЯ И ЛЮТЕЦИЯ В АПАТИТ-НЕФЕЛИНОВОЙ РУДЕ И ПРОДУКТАХ ЕЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ Ge(Li) ГАММА-СПЕКТРОМЕТРА

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)

Москва, 1977

В соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29 октября 1976 г. инструкция № 147-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам 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 № I47-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.1976 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 28 от I9.I.76) и утверждена ВИМСом с введением в действие с I августа I977 г.

НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТРОНЦИЯ, ЛАНТАНА ЦЕРИЯ, НЕОДИМА, САМАРИЯ, ЕВРОПИЯ, ТЕРБИЯ, ИТТЕРБИЯ И ЛЮТЕЦИЯ В АПАТИТ-НЕФЕЛИНОВОЙ РУДЕ И ПРОДУКТАХ ЕЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ Ge(Li)-ГАММА-СПЕКТРОМЕТРА x)

Сущность метода

Методика, разработанная Е.И. Зайцевым, Ю.П. Сотсковым, Б.А. Бахматовым, С.М. Ляпуновым, В.Г. Лаптевым и Р.С. Резниковым, заключается в облучении исследуемых проб в реакторе тепловыми нейтронами и в последующем измерении наведенного гамма-излучения образцов на Ge(Li)-гамма-спектрометре [3, 9,II].

При облучении большей части элементов тепловыми нейтронами на ядрах их стабильных изотопов протекает реакция радиационного захвата (n, γ), в результате которой образуется радиоактивный изотоп исходного элемента, обычно испускающий бета-излучение и сопутствующее ему гамма-излучение, например: $^{139}La(n, \gamma)^{140}La \xrightarrow{\beta} {}^{140}Ce_{(стаб)}$

Испускаемое гамма-излучение имеет характерный для каждого радиоизотопа спектр, по которому его можно идентифицировать, а наведенная активность характеризует содержание элемента в пробе.

Для анализа используют долгоживущие радиоизотопы с периодом полураспада более одного дня, что позволяет выполнять анализ в лабораториях, удаленных от реактора.

Для определения La, Ce, Nd, Sm, Eu, Tb, Yb, Lu и Sr пробы и эталоны, упакованные в пакетики из полиэтиленовой пленки, облучают в каналах реактора тепловыми нейтронами с плотностью потока порядка $I.I0^{I3}$ нейтрон/ ($см^2$ сек) в течение 4-6 часов.

x) Внесена в НСАМ лабораториями ядерно-физических методов ИМГРЭ и БИТЭ.

Наведенную активность измеряют с помощью гамма-спектрометра, в комплект которого входят Ge(Li)-детектор, спектрометрическая электронная стойка СЭС-2-02 и многоканальный амплитудний анализатор. Высокое энергетическое разрешение Ge(Li)-гамма-спектрометра (4-8 кэв для гамма-линии ^{60}Co с энергией I,33 мэв) позволяет измерять аналитические линии практически без помех со стороны близких по энергии гамма-линий других изотопов.

В таблице I для каждого определяемого элемента указаны те радиоизотопы, по которым он определяется, энергия рекомендуемой аналитической линии гамма-излучения, продолжительность остывания, а также мешающие элементы, гамма-излучение которых попадает в энергетическую область аналитической линии определяемого элемента[2,4]. Эквивалент определяемого элемента (графа I0) указывает, на какую относительную величину завышается результат определения, если содержание мешающего элемента равно содержанию определяемого. Например, если в пробе присутствует I% урана, то при содержании лантана в пробе I% результат его определения будет завышен на 29%.

При анализе апатит-нефелиновых руд влияние мешающих элементов в основном незначительно и может не учитываться. Это видно из таблицы 2, в которой указан интервал содержаний в рудах определяемых и мешающих элементов, а также величины возможных погрешностей, обусловленных наличием мешающих элементов. При определении тербия вклад европия в фотопики ^{160}Tb можно определить по соотношению линий I22 кэв и 296 кэв ^{152}Eu, I22 кэв ^{152}Eu и 873 кэв ^{154}Eu ; вклад ^{233}Pa в линию ^{160}Tb с энергией 299 кэв учитывают по γ-линии 3I2 кэв ^{233}Pa.

Если в качестве стандарта используют среднюю пробу апатит-нефелиновой руды, то указанные в табл.2 погрешности уменьшаются в несколько раз.

Порог чувствительности определения элементов в пробах апатит-нефелиновой руды при использовании Ge(Li)-детектора объемом 50 $см^3$, навеске пробы I00 мг[x)] и продолжительности измерения I5 минут, рассчитанный по критерию 2,8 σ, где σ-стандартное отклонение в результатах анализа на пороге чувствительности[I,5] равен 6,6.I0^{-3}% La_2O_3 ;8,0.I0^{-3}% CeO_2 ;

x) При навеске I00 мг самоэкранирование нейтронного потока незначительно, и его можно не учитывать (см.рис.I).

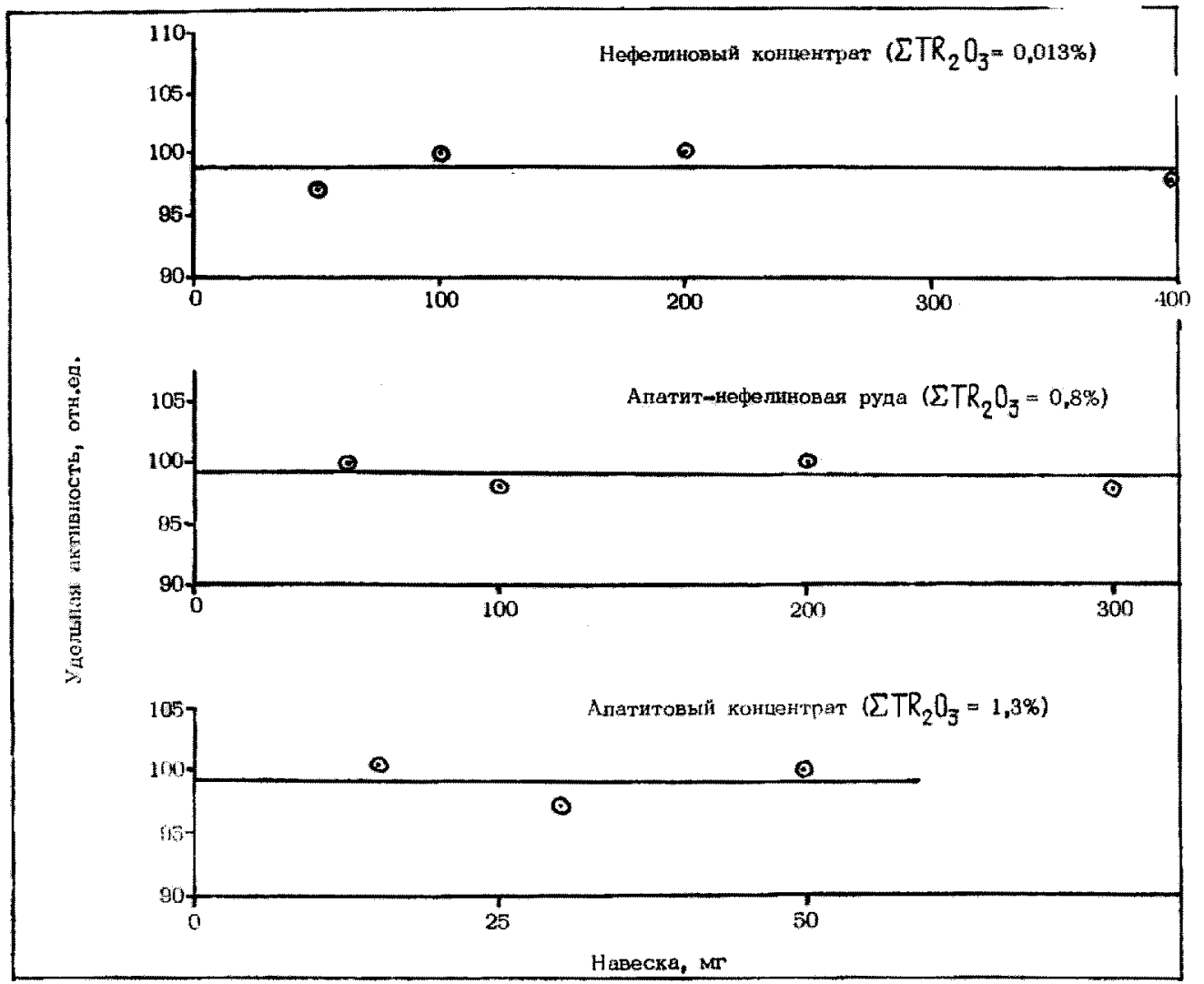

Рис.I. Зависимость удельной активности от веса пробы.

№ I47-80

Таблица I

Основные ядерно-физические характеристики определяемых элементов и влияние на их интерферирующих линий

Определяемый элемент	Радионуклид	Период полураспада	Энергия аналитической линии, кэв	Продолжительность облучения, дни	Мешающие элементы: элемент	радионуклид	период полураспада	энергия интерферирующих линий, кэв	эквивалент определяемого элемента
I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0
Лантан	^{140}La	40,2 час.	329	7–I0	Уран	$^{140}Ba(^{140}La)$	I2,8 дня	329	0,29
Церий	^{141}Ce	32,5 дня	I45	20–25	Железо	^{59}Fe	45,6 дня	I42	2.10^{-4}
					Уран	^{141}Ce	32,5 дня	I45	0,34
Неодим	^{147}Nd	II,06 дня	53I	20–25	Кадмий	^{115}Cd	53,5 час.	530	0,36
					Уран	^{147}Nd	II,06 дня	53I	0,2
Самарий	^{153}Sm	46,8 час.	I03	7–I0	Тантал	^{182}Ta	II5,I дня	I00	0,09
					Гадолиний	^{153}Gd	242 дня	97; I03	3.10^{-3}
					Уран	$^{239}U(^{239}Np)$	2,35 дня	I06	0,04
					Торий	$^{233}Th(^{233}Pa)$	27 дней	98,4	0,06
Европий	^{152}Eu + ^{154}Eu	I2,7 года I6 лет	I22 + I23	20–25	Селен	^{75}Se	I20,4 дня	I2I	$I.10^{-3}$
					Барий	^{131}Ba	I2 дней	I24	$I.10^{-4}$
Тербий	^{160}Tb	72,I дня	879	20–25	Европий	^{154}Eu	I6 лет	873	0,02
					Серебро	^{110m}Ag	250,4 дня	885	0,03
			299	20–25	Европий	^{152}Eu	I2,7 года	296	0,02
					Торий	$^{233}Th(^{233}Pa)$	27 дней	300	0,05
Иттербий	^{175}Yb	4,2 дня	396	7–I0	Тербий	^{160}Tb	72,I дня	392	0,0I
					Неодим	^{147}Nd	II,07 дня	398	$I,6.10^{-4}$
					Уран	^{147}Nd	II,07 дня	398	$3,2.10^{-5}$
Лютеций	^{177}Lu	6,74 дня	208	7–I0	Уран	$^{239}U(^{239}Np)$	2,35 дня	209	$2,9.10^{-3}$
Стронций	^{85}Sr	64 дня	5I4	20–25	Натрий	^{24}Na	I5 час.	5II	5.10^{-6}

Таблица 2

Влияние мешающих элементов при выбранных условиях анализа

Определяемые элементы		Мешающие элементы		Отн. погрешность определения, вызываемая мешающим элементом, %
элемент	интервал содержаний, %	элемент	интервал содержаний, %	
Лантан	0,0I–0,5	Уран	$2–4.10^{-4}$	I–0,02
Церий	0,02–0,5	Уран	$2–4.10^{-4}$	0,5–0,02
		Железо	I–2	2–0,08
Неодим	0,02–0,2	Кадмий	$n.10^{-6}$	I,0–0,I
		Уран	$2–4.10^{-4}$	0,3–0,03
Самарий	0,00I–0,02	Тантал	$2–3.10^{-4}$	I,4–0,7
		Гадолиний	0,00I–0,02	~0,2
		Уран	$2–4.10^{-4}$	I,2–0,03
		Торий	$0,5–I,5.10^{-3}$	4–0,2
Европий	2.10^{-4}–$I.10^{-2}$	Селен	$n.10^{-6}$	$I.10^{-2}$–2.10^{-4}
		Барий	$n.10^{-2}$	2–0,04
Тербий (по линии 299 кэв)	$I.10^{-4}$–2.10^{-3}	Европий	2.10^{-4}–5.10^{-3}	~4
		Торий	$0,05–I,5.10^{-3}$	25–5 x)
Тербий (по линии 879 кэв)	$I.10^{4}$–2.10^{-3}	Европий	2.10^{-4}–5.10^{-3}	~4
		Серебро	$n.10^{-5}$	0,6–0,03
Иттербий	2.10^{-4}–2.10^{-3}	Тербий	$I.10^{-4}$–2.10^{-3}	~I,I
		Неодим	0,02–0,2	~I,6
		Уран	$2–4.10^{-4}$	~0,02
Лютеций	$I.10^{-5}$–$I.10^{-3}$	Уран	$2–4.10^{-4}$	~I,2
Стронций	0,2–2.0	Натрий	I–8	2.10^{-2}–2.10^{-4}

x) Влияние тория учитывают по линии 3I2 кэв ^{233}Pa.

0,0I5% Nd_2O_3; 6,6.10^{-4}% Sm_2O_3; I,8.10^{-4}% Eu_2O_3 0,7.10^{-4}% Tb_2O_3; 2,0.10^{-4}% Yb_2O_3; 2,0.10^{-5}% Lu_2O_3; 0,I3% SrO.

Методика опробована на образцах апатит-нефелиновой руды Кольского полуострова и продуктах ее технологической переработки с содержаниями La_2O_3 от 0,0I до 0,3%; CeO_2 от 0 02% до 0,4% Nd_2O_3 от 0,02 до 0,2%; Sm_2O_3 от 0,00I до 0,02%; Eu_2O_3 от 0,0002 до 0,0I%; Tb_2O_3 от 0,00007 до 0,002%; Yb_2O_3 от 0,0002 до 0,002%; Lu_2O_3 от 0,00002 до 0,0002%; SrO от 0,2 до 2,0%: и рекомендуется для определения этих элементов в указанных интервалах содержаний по Ш категории.

Расхождения между повторными определениями стронция укладываются в допустимые расхождения Инструкции по внутрилабораторному контролю[5] (табл.3) Для прочих элементов утвержденных допустимых расхождений не имеется.

Таблица 3

Допустимые расхождения[5]

Содержание SrO, %	Допустимые расхождения, отн.%
I- I,99	28
0,5-0,99	36
0,2-0,499	44

В табл.4 приведены фактические расхождения между повторными определениями по данным авторов инструкции.

Таблица 4

Расхождения между повторными определениями по данным авторов

Элемент	Содержание, %	Фактич. расхождения, отн. % $\mathcal{D}_{эксп}$	Запас точности $\mathcal{D}_{доп}/\mathcal{D}_{эксп}$
Стронций (SrO)	I –I,99	I6,8	I,65
	0,5– 0,99	28,6	I,25
	0,2– 0,49	40	I,I0
Лантан (La_2O_3)	0,2– 0,499	I2,6	
	0,I– 0,I99	23	
	0,05– 0,099	I6	
	0,02– 0,049	25,5	
	0,0I– 0,0I9	40	
Церий (CeO_2)	0,2 – 0,499	I3,2	
	0,I – 0,I99	I6	
	0,05– 0,099	I5,4	
	0,02– 0,049	23,2	
Неодим (Nd_2O_3)	0,I – 0,I99	37,5	
	0,05– 0,099	33,2	
	0,02– 0,049	52	
Самарий (Sm_2O_3)	0,0I– 0,0I9	2I,3	
	0,005–0,0099	2I	
	0,002–0,0049	33	
	0,00I–0,00I9	40	
Европий (Eu_2O_3)	0,005–0,0099	II	
	0,002–0,0049	I8,9	
	0,00I–0,00I9	26	
	0,0005–0,00099	29	
	0,0002–0,00049	42	
Тербий (Tb_2O_3)	0,00I– 0,00I9	34	
	0,0005–0,00099	37	
	0,00005–0,00049	90	
Иттербий (Yb_2O_3)	0,00I– 0,00I9	47	
	0,0005–0,00099	46	
	0,0002–0,00049	60	
Лютеций (Lu_2O_3)	0,000I–0,000I9	68	
	0,00005–0,000099	53	
	0,0000I–0,000049	80	

Реактивы и материалы № 147-ЯФ

1. Образцовые спектрометрические гамма-источники (ОСГИ)
2. Полиэтиленовая пленка высокого давления (типа ВД)
3. Спирт-ректификат
4. Фильтры обеззоленные

Аппаратура и оборудование

1. Гамма-спектрометр, в комплект которого входят Ge(Li)-детектор типа ДГДК с чувствительным объемом 30-60 $см^3$ и спектрометрическая электронная стойка СЭС-2-02.
2. Многоканальный амплитудный анализатор типа АИ-128, АИ-256, АИ-1024, LP-4840 или др.
3. Свинцовые контейнеры для перевозки облученных проб типа КЛ-12,8 и КЛ-15,3.
4. Комплект свинцовых блоков БС-50 или БС-100.
5. Переносные контейнеры типа 4КТ, 10КТ, КИЗ-24М или др.
6. Бокс для разборки облученных проб типа 6К-НЖ,ШВ или др.
7. Инструмент дистанционный типа ИД
8. Торзионные весы марки ВТ-200
9. Аналитические весы марки ВЛА-200г-М или др.
10. Блок-контейнеры[9] из алюминия марки А-995
11. Пинцеты, шпатели
12. Электронагревательный штамп[6].

Ход анализа

1. Приготовление проб

Навеску измельченной до 200 меш пробы 50-100 мг помещают в пакетик, сваренный из двух дисков полиэтилена с помощью электронагревательного штампа[6]. Пакетик с пробой и диск из фильтровальной бумаги, на котором простым карандашом надписывают номер пробы, покрывают сверху и снизу дисками из полиэтилена и заваривают электроштампом.

Приготовленные таким образом пробы (30-50 шт.) помещают в стандартный алюминиевый блок-контейнер[9], прокладывая между пакетиками диски из обеззоленной фильтровальной бумаги для предохранения проб от слипания во время облучения. Эталонные пробы, обычно три штуки по 50-100 мг, упакованные таким же образом, располагают равномерно по высоте блок-контейнера

между исследуемыми образцами. Такое расположение эталонов позволяет контролировать вариации плотности нейтронного потока по высоте блок-контейнера.

2. Рабочие эталоны

В качестве рабочих эталонов рекомендуется использовать пробу апатит-нефелиновой руды, апатитового или сфенового концентрата с надежно установленными несколькими методами содержаниями исследуемых элементов. В табл.5 даны содержания определяемых элементов в сфеновом концентрате, который использовался в качестве эталонной пробы.

Таблица 5

Содержание элементов в сфеновом концентрате[x)]
(г/т)

La_2O_3	CeO_2	Nd_2O_3	Sm_2O_3	Eu_2O_3	Tb_2O_3	Yb_2O_3	Lu_2O_3	SrO
I750	3650	I250	260	78	I4	I2	I,7	8400

При определении стронция эталоном может служить чистая окись стронция: навеска в данном случае составляет приблизительно 5 мг.

3. Облучение проб

Блок-контейнеры с образцами и эталонами облучают в каналах реактора с плотностью потока тепловых нейтронов $I.I0^{I3}$ нейтрон/($см^2$сек) в течение 4–6 часов. Для спада активности короткоживущих радиоизотопов (^{24}Na, ^{56}Mn, ^{152m}Eu и др.) контейнеры с пробами после облучения выдерживают в специально оборудованном хранилище[7] в течение семи дней. Затем пробы разбирают в боксе на партии по 7–I0 штук и направляют для измерения на гамма-спектрометре.

---

x) Содержание элементов установлено многократным нейтронно-активационным и рентгеноспектральным анализом. Эталонами служили чистые окислы элементов или их растворы: точность определений составляет 5–7% отн.

4. Подготовка прибора

Спектрометр настраивают с помощью образцовых спектрометрических гамма-источников (ОСГИ) или предварительно прокалиброванного генератора стандартной амплитуды, входящего в комплект спектрометрической электронной стойки СЭС-2-02[10]. Спектрометр настраивают таким образом, чтобы на один канал анализатора приходилось I-I,5 кэв. Так, например, при определении лантана, самария, иттербия и лютеция по гамма-линиям ниям 329 кэв ^{140}La, I03 кэв ^{153}Sm, 396 кэв ^{175}Yb и 208 кэв ^{177}Lu спектрометр настраивают с помощью источников ^{241}Am (энергия γ-линии 59,6 кэв), ^{57}Co (энергия γ-линий I22 кэв и I36 кэв), ^{203}Hg (энергия γ-линии 279 кэв) и ^{22}Na (используют одну γ-линию с энергией 5II кэв), входящих в комплект ОСГИ.

Чтобы исключить ухудшение энергетического разрешения спектрометра, при выборе условий измерения обеспечивают нормальную загрузку усилительного тракта аппаратуры (допустимая загрузка спектрометра по входу составляет $I.I0^4$имп/сек). Импульсная загрузка контролируется по интенсиметру анализатора или по его таймерному каналу. "Мертвое время" анализатора не должно превышать I0-I5%. Для выполнения этого требования геометрические условия измерений устанавливают, изменяя расстояния между источником и детектором.

Экспозицию устанавливают по "живому времени" таймерного канала анализатора.

5. Определение содержания элементов

Содержание элементов в исследуемой пробе определяют относительным методом - сравнением с известным содержанием элемента в эталонном образце.

Интенсивность гамма-линий ^{153}Sm, ^{140}La, ^{175}Yb. и ^{177}Lu измеряют через 7-I0 дней после облучения образцов, остальных радиоизотопов - через 20-25 дней. Интенсивность излучения исследуемых и эталонных образцов измеряют в одинаковых геометрических условиях. Продолжительность одного измерения обычно составляет I5-20 минут.

При определении интенсивности гамма-линий радиоизотопов лантана и самария эталоны измеряют через каждые два часа и для расчета берут среднюю величину интенсивности линий, полученную при двух ближайших измерениях. Для остальных элементов достаточно измерять интенсивность излучения эталона в начале и в конце рабочей смены.

Тербий при наличии анализатора с числом каналов 800 и более рекомендуется определять по γ - линии с энергией 879 кэв ^{160}Tb . При использовании анализаторов с меньшим числом каналов тербий целесообразно определять по γ -линии с энергией 299 кэв: это позволяет определять его одновременно с теми элементами, которые определяются через 20-25 дней после облучения. Вклад мешающего излучения в аналитический пик ^{160}Tb (табл.I) учитывают по соотношениям γ -линий долгоживущих радиоизотопов европия ($\frac{I22+I23\ кэв}{296\ кэв}$; $\frac{I22+I23 кэв}{873\ кэв}$) и радиоизотопа ^{233}Pa ($\frac{3I2\ кэв}{300\ кэв}$) . Эти соотношения рассчитывают по результатам измерений активированных препаратов европия и тория. Например, при определении тербия по γ - линии с энергией 299 кэв ^{160}Tb отношение площадей линии ^{233}Pa при использовании описанного гамма-спектрометра и расстоянии образец-детектор, равном I0 см, составляет 5,4. Влияние европия не учитывают, так как его вклад незначителен (см.табл.2).

По полученным на цифропечатающем устройстве (ЦПУ) анализатора данным подсчитывают число импульсов в каналах пика и из суммы вычитают фон комптоновского распределения, который определяется по среднему уровню слева и справа от пика (табл.6).

Содержание элемента в исследуемой пробе ($C_{пр}$) рассчитывают по формуле: $C_{пр} = \frac{N_{пр} \cdot P_{эт} \cdot C_{эт} \cdot t_{эт}}{N_{эт} \cdot P_{пр} \cdot t_{пр}}$, где

$N_{пр}$ и $N_{эт}$ -число зарегистрированных в пике аналитической линии импульсов для пробы и для эталона;

$P_{пр}$ и $P_{эт}$ - навеска пробы и эталона, мг;

$t_{пр}$ и $t_{эт}$ -продолжительность измерения интенсивности излучения пробы и эталона, минуты;

$C_{эт}$ - содержание элемента в эталоне, %.

Таблица 6

Пример расчета

В табл.6 приведены данные, полученные на анализаторе для области аналитического пика ^{140}La с энергией 329 кэв.

Таблица 6

Данные, полученные на анализаторе

№ канала	230	23I	232	233	234	235	236	237	238	239
Число импульсов в канале	836	823	829	835	8I0	838	846	889	976	II40
№ канала	240	24I	242	243	244	245	246	247	248	249
Число импульсов в канале	I890	2572	2944	2I57	I542	II30	825	780	762	770
№ канала	250	25I	252	253						
Число импульсов в канале	76I	759	769	758						

I. Сумма импульсов в каналах аналитического пика (236-247 каналы): $\Sigma = 846 + \ldots\ldots + 780 = I769I$

2. Уровень фона слева от пика (23I-235 каналы):

$$\frac{823+829+835+8I0+838}{5} = 827$$

3. Уровень фона справа от пика (248 - 252 каналы):

$$\frac{762+770+76I+759+769}{5} = 764$$

4. Фон для области аналитического пика (236-247 каналы, всего I2 каналов)

$$\Sigma_{компт.} = \frac{827+764}{2} \cdot I2 = 9546$$

5. Число импульсов в пике: $N = \Sigma - \Sigma_{компт.} = I769I - 9546 = 8I45$

Форма записи и расчет содержания определяемых элементов показаны в табл.7.

Таблица 7

Форма записи при инструментальном нейтронно-активационном анализе

Облучение - № I0I;
Плотность потока - $I,2.I0^{I3}$ нейтрон/($см^2$ сек);
Продолжительность облучения - 6 часов;
Дата облучения - 5.IX.75

№№ пп	Наименование пробы	Вес пробы P,мг	Продолжительность измерения t,мин.	Определяемый элемент	Сумма импульсов в каналах пика Σ, имп.	Фон комптоновского распределения под пиком, имп. Σ комп.	Число импульсов в пике $N=\Sigma-\Sigma_{комп.}$	$\left(\frac{N}{P\cdot t}\right)^{x)}$	Содержание элемента $C_{пр.}$, %	Примечание
I.	Эталон АНОФ-I	3I	I0	Лантан	I769I	9546	8I45	Дата измерения - I2.IX.75 26,27	0,285	см.табл.6
				Самарий	35562	I8726	I6836	54,3I	0,026	
				Иттербий	9530	7777	I753	5,65	0,00I2	
				Лютеций	I0I20	8020	2I00	6,77	0,000I7	
2.	Образец 2509	I0C	20	Лантан	3I360	I5996	I5364	7,68	0,083	см.ниже расчет
				Самарий	52682	23642	29040	I4,52	0,007	
				Иттербий	29436	23400	6036	3,028	0,0006	
				Лютеций	36698	33424	3274	I,64	0,00004	
5I	Эталон АНОФ-I	3I	I0	Церий	39960	I2I30	27830	Дата измерения 25.IX.75 89,77	0,365	
				Неодим	9226	5430	3796	I2,24	0,I25	
				Европий	28223	I3640	I4583	47,04	0,0078	
				Тербий	I5266	I0003	5263	I6,98	0,00I4	
				Стронций	8850	5229	362I	II,68	2,6	
52	Образец 2509	I00	20	Церий	I49728	34468	II5260	57,63	0,230	
				Неодим	29284	I7979	II305	5,65	0,058	
				Европий	76009	36909	39I00	I9,55	0,0092	
				Стронций	24264	I4I52	I0II2	5,06	I,I	
				Торий (линия 3I2 кэв)	4482I	40I55	$4666:5,4^{xx)}=864$			
				Тербий	380I7	2I372	$I6645-864=I578I^{xxx)}$	7,89	0,00065	
				Расчет коэффициента для учета вклада линии 300 кэв ^{233}Pa (торий) в линию 299 кэв ^{160}Tb						
	Торий (ThO_2)	2,2	I0	Торий (линия 3I2 кэв)	25I62	I0780	I4382	I4382 : 2663 = 5,40		
				Торий (линия 300 кэв)	I2038	9375	2663			

x) Промежуточные вычисления для удобства расчета.

xx) 5,4- коэффициент для учета вклада тория в линию 299 кэв ^{160}Tb (см.стр.I2).

xxx) За вычетом вклада тория.

Пример расчета содержания лантана в образце 2509: $C_{пр}=\frac{N_{пр}\cdot P_{эт}\cdot C_{эт}\cdot t_{эт}}{N_{эт}\cdot P_{пр}\cdot t_{пр}}=\frac{I5364\cdot3I\cdot0,285\cdot I0}{8I45\cdot I00\cdot20}=0,083.$

Техника безопасности

При выполнении анализа необходимо соблюдать правила техники безопасности, предусмотренные при работе с радиоактивными источниками[7].

При облучении образцов через объединение "Изотоп" доставка облученных проб осуществляется этой организацией. Если же активированные пробы перевозятся организацией, выполняющей анализ, то необходимо руководствоваться соответствующей инструкцией[8].

При облучении активируются практически все элементы, содержащиеся в пробе; образующиеся радиоизотопы имеют самые различные периоды полураспада и обладают бета- и гамма-излучением различной энергии.

Основную опасность представляет гамма-излучение радиоизотопа ^{24}Na ($T_{1/2}$ = I5 час). Поэтому защиту транспортного контейнера рассчитывают, исходя из приблизительного содержания в пробах натрия.

Активность радиоизотопа ^{24}Na, образующегося при облучении I г природного элемента в потоке $I.I0^{I3}$ нейтрон/($см^2$ сек) в течение шести часов, составляет I,I кюри. При использовании для транспортировки облученных проб контейнера КЛ-I2,8 предельно допустимое количество натрия в пробах не должно превышать 0,I4 г, то-есть , при среднем содержании натрия в апатит-нефелиновых рудах 8% общий вес образцов в одном блок-контейнере не должен превышать I,7 г(I7 образцов по I00 мг). Применение контейнеров типа КЛ-I5,3 позволяет увеличить число помещаемых в один блок-контейнер проб до шестидесяти.

Через 5-7 дней общая активность облученных проб падает до нескольких милликюри.

При работе с активированными образцами необходимо придерживаться следующих практических правил:

I.Пробы следует разбирать в боксе за свинцовой защитой с помощью пинцетов и резиновых перчаток;

2. Образцы запрещается брать руками: необходимо пользоваться пинцетами.

3. После измерения партию проб переносят в контейнере в хранилище;

4. Отработанные партии облученных образцов периодически отправляют на захоронение:

5. Загрязненный свинцовый контейнер, в котором перевозят блок-контейнеры с облученными пробами, очищают соляной кислотой d 1,19, ацетоном или другим дезактивирующим раствором; затем гнездо контейнера промывают водой и протирают фильтровальной бумагой.

Литература

I. Гунне Х.Э., Пелекис Л.Л. В сб."Нейтронно-активационный анализ" Рига,"Зинатне", 1966,стр.5.

2. Джелепов Б.С., Кошкарова С.Ф. Гамма-кванты изотопов, применяемых в нейтронно-активационном анализе.М.,Атомиздат,1974.

3. Кузнецов Р.А. Активационный анализ. 2-е изд.М.,Атомиздат, 1973.

4. Маслов И.А., Лукницкий В.А. Справочник по нейтронно-активационному анализу. Л.,"Наука", 1971.

5. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ.М., ВИМС, НСАМ, 1975.

6. Нейтронно-активационное определение тантала в горных породах, рудах и минералах с Ge(Li)- спектрометром". Инструкция НСАМ № 132-ЯФ М.,1974.

7. Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений. М.,Атомиздат, 1973.

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

9. Сборник "Методы количественного анализа минерального сырья", вып.13,ВИМС. М.,1971.

10. Техническое описание и инструкция по эксплуатации спектрометрической установки СЭС-2-02.

11. Якубович А.Л., Зайцев Е.И., Пржиялговский С.М.Ядерно-физические методы анализа минерального сырья М.,Атомиздат, 1973.

Изъятые из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52-Х № 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 № 33. Л-83363. 28/X-77г. Объем 0,7 уч.-изд.л.
Тираж 450

Ротапринт ОЭП ВИМСа

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

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

КЛАССИФИКАЦИЯ

ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Категория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Коэффициент к допустимому среднеквадратичному отклонению
Количественный анализ	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	1
		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	1
		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	1
	IV Анализ технологических продуктов	Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	1-2
	V Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
	VI Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
	VII Полуколичественный анализ		Воспроизводимость определения 4-10 пар (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68%
	VIII Качественный анализ		Точность определения не нормируется

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

gost.e-ecolog.ru