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

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Ядерно-физические методы

Инструкция №144,145-ЯФ

СУРЬМА

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 № 144-145-ЯФ

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУРЬМЫ

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

В соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29 октября 1976 г. инструкции № 144-145-ЯФ рассмотрены и рекомендованы Научным советом по аналитическим методам для анализа рядовых проб – III категория

(Протокол № 30 от 7 апреля 1977 г.)

Председатель НСАМ	Г.В.Остроумов
Председатель секции ядерно-физических методов	А.Л.Якубович
Ученый секретарь	Р.С.Фридман

Инструкции № I44–I45–ЯФ рассмотрены в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29 октября 1976 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 30 от 7.IУ.77 г.) и утверждены ВИМСом с введением в действие с I августа 1977 г.

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУРЬМЫ

Сущность метода

Сурьму определяют флуоресцентным рентгенорадиометрическим методом[5] с использованием рентгенорадиометрического анализатора "Минерал-3". Анализ ведут по K_{α} – линиям характеристического излучения сурьмы, возбуждаемого радиоактивным источником тулий-I70. Аналитические линии сурьмы отделяют от линий других элементов с помощью дифференциальных фильтров из кадмия (CdO) и серебра ($AgCl$ и $AgNO_3$).

Основным мешающим элементом является кадмий, K_{β} – линии которого попадают в полосу пропускания дифференциальных фильтров. В присутствии кадмия получаются завышенные результаты. Количество сурьмы, эквивалентное I% Cd , составляет 0,I6%.

Сурьму определяют относительным методом, сравнивая интенсивность аналитических линий сурьмы, содержащейся в исследуемой и в эталонной пробах. Сурьму можно определять в тонких и в промежуточных слоях. При измерении в тонких слоях состав пробы незначительно влияет на интенсивность линий сурьмы. При измерении в промежуточных слоях влияние состава устраняется применением способа подложки.

Метод определения в промежуточных слоях, разработанный Л.А. Оболенцевым и В.А. Сидоровым (ОЭИ ЦНИГРИ), рекомендуется для определения сурьмы в горных породах, минералах, рудах и в продуктах их технологической переработки при ее содержании от 0,02 до 60%. Практически метод опробован для содержаний от 0,02 до 20% Sb .

Метод определения в тонких слоях, разработанный Ю.Я.Копытовым, А.Г. Яковлевым и Г.А. Шитовым (ядерно-физическая партия Киргизской геофизической экспедиции), рекомендуется для определения сурьмы в порошковых пробах сложных сурьмяно-ртутных, сурьмяно-свинцовых, сурьмяно-баритовых руд при ее содержании от 0,03 до 12% в присутствии не более 10% свинца и 10% бария. Практически метод опробован на рудах месторождений юга Киргизии с различным вещественным составом и с содержанием сурьмы от 0,03 до 12%.

Расхождения между повторными определениями для указанных содержаний оказались меньше допустимых расхождений инструкции по внутрилабораторному контролю[I].

Таблица I

Допустимые расхождения[I]

Содержание сурьмы, %	Допустимые расхождения, отн.%
2,00- 4,99	12
1,00- 1,99	19
0,50- 0,99	27
0,20- 0,499	37
0,10- 0,199	47
0,05- 0,099	55
0,02- 0,049	67

Таблица 2

Расхождения между основными и повторными определениями по данным авторов

Содержание сурьмы, %	Расхождения, отн.% (Дэксп.)		Запас точности Ддоп. / Дэксп.	
	промежуточные слои	тонкие слои	промежуточные слои	тонкие слои
10-19,99	3,2			
5- 9,99	5,5			
2- 4,99	7	8,4	1,7	1,4
1- 1,99	10	11,2	1,9	1,7
0,5-0,99	17	14	1,6	1,9
0,2-0,499	34	19,5	1,1	1,9
0,1-0,199	41	30,8	1,1	1,5
0,05-0,099	44	33,6	1,2	1,6
0,02-0,049	63	78	1,1	0,9

№ I44-ЯФ

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУРЬМЫ В ПРОМЕЖУТОЧНЫХ СЛОЯХ ПО СПОСОБУ ПОДЛОЖКИ[x)]

Реактивы и материалы

I. Хлористое серебро
2. Двуокись кремния
3. Окись кадмия
4. Окись сурьмы
5. Теллур металлический
6. Полистирол суспензионный марки ПС-С (Узловский завод пластмасс) из расчета I г на одну пробу.
7. Парафин х.ч.
8. Эталонные пробы, изготовленные из естественных проб с известным содержанием сурьмы или из смесей SiO_2 и Sb_2O_3
9. Пустая (нулевая) проба. В качестве пустой пробы используется порода, не содержащая сурьмы и близкая по составу к исследуемым пробам.
I0. Подложки, изготовляемые из окиси сурьмы.

Аппаратура и оборудование

I. Рентгенорадиометрический анализатор "Минерал-3" в комплектации, выпускаемой заводом[4].
2. Радиоактивный изотоп тулий-I70 в виде ампулированного источника активностью 0,I г-экв. радия.
3. Весы аналитические ВЛА-200.
4. Пресс гидравлический на 200-500 кг/см^2, например, школьный пресс, выпускаемый заводом "Физприбор № 2".
5. Ступки фарфоровые с пестиками.
6. Тарелочки из оргстекла для проб, эталонов и подложек.
7. Механический смеситель ММ-I или другого типа.

---

x) Внесено в НСАМ лабораторией ядерно-физических методов ОЭИ ЦНИИТРИ.

Ход анализа

I. Приготовление проб, эталонов, подложки, дифференциальных фильтров и излучателей

Все образцы прессуют в виде плоскопараллельных дисков постоянного диаметра (34 мм) с одинаковой для всех и равномерной поверхностной плотностью.

Навеску 0,5 г пробы, истертой до -200 меш, и I г полистирола высыпают в закрытый сосуд (стакан, тигель и т.п.), в который предварительно помещают 2-3 стальных шарика диаметром 4-5 мм, и тщательно перемешивают в течение пяти минут механическим способом (напр., в смесителе типа ММ-I) или вручную. Полученную однородную смесь засыпают в прессформу, разравнивают поворотом поршня и прессуют под давлением I50-200 кг/см^2. Готовую таблетку выталкивают из прессформы поршнем и маркируют простым мягким карандашом.

Дифференциальные фильтры готовят из окиси кадмия и хлористого серебра. В качестве связующего вещества используют парафин. Фильтры рассчитывают и юстируют, руководствуясь указаниями в инструкции к прибору[4].

Подложки, эталонные пробы, пустые пробы и излучатели для юстировки фильтров приготовляют таким же образом, как пробы.

В табл.3 указаны навески реактивов и связующих веществ для их изготовления.

Таблица 3

Навески реактивов для приготовления подложки, фильтров и излучателей.

	Реактив	Связующее вещество
Подложка	0,5 г окиси сурьмы	0,5 г полистирола
Cd -фильтр	0,75 окиси кадмия	I г парафина
Ag -фильтр	0,84 г хлористого серебра	I г парафина
Ag -излучатель	0,5 г хлористого серебра	I,5 г полистирола
Te -излучатель	0,4 г металлического теллура	I,6 г полистирола

2. Подготовка прибора

Прибор "Минерал-3" проверяют и настраивают на K_α-линию сурьмы по прилагаемой к нему инструкции[4]. Критерием оптимальности условий при настройке прибора (расстояние от источника до пробы, от детектора до пробы, коэффициент усиления сигнала, ширина окна дискриминатора) является минимальная статистическая погрешность определения ξ

$$\xi = \frac{\sqrt{N_{эт}^{Cd} + N_{эт}^{Ag}} \cdot C_{эт}}{N_{эт}^{Cd} - N_{эт}^{Ag}},$$

где $N_{эт}^{Cd}$ и $N_{эт}^{Ag}$ – скорости счета импульсов от эталона, измеренные с кадмиевым и серебряным фильтрами;

$C_{эт}$ – содержание сурьмы в эталоне, %.

3. Определение содержания сурьмы

1. В одно из гнезд прободержателя устанавливают пустую оправу, в другое – оправу с подложкой. Измеряют скорость счета (имп/мин) от подложки последовательно с кадмиевым ($N_{п}^{Cd}$) и серебряным ($N_{п}^{Ag}$) фильтрами.

2. Поверх пустой оправы устанавливают оправу с пробой и измеряют скорость счета с обоими фильтрами ($N_{пр}^{Cd}$, $N_{пр}^{Ag}$).

3. Поверх оправы с подложкой устанавливают оправу с пробой и измеряют скорость счета с обоими фильтрами ($N_{п+пр}^{Cd}$, $N_{п+пр}^{Ag}$).

4. В начале и в конце измерений каждой серии проб измеряют скорость счета от эталонов ($N_{эт}^{Cd}$, $N_{эт}^{Ag}$, $N_{п+эт}^{Cd}$, $N_{п+эт}^{Ag}$) и от пустой (не содержащей Sb) пробы (N_{0}^{Cd}, N_{0}^{Ag}, $N_{п+0}^{Cd}$, $N_{п+0}^{Ag}$).

В процессе измерений выполняется предварительная обработка результатов: находят разности интенсивностей, измеренных с кадмиевым и серебряным фильтрами $\Delta_п = N_{п}^{Cd} - N_{п}^{Ag}$:

$$\Delta_0 = N_{0}^{Cd} - N_{0}^{Ag};\quad \Delta_{пр} = N_{пр}^{Cd} - N_{пр}^{Ag};\quad \Delta_{эт} = N_{эт}^{Cd} - N_{эт}^{Ag}$$

$$\Delta_{п+0} = N_{п+0}^{Cd} - N_{п+0}^{Ag};\quad \Delta_{п+пр} = N_{п+пр}^{Cd} - N_{п+пр}^{Ag};\quad \Delta_{п+эт} = N_{п+эт}^{Cd} - N_{п+эт}^{Ag}$$

Все измерения повторяют по два раза, поворачивая оправы с пробами на 180^0, и усредняют результаты повторных измерений.

Форма записи результатов измерений дана в табл.4.

Таблица 4

Форма записи и первичная обработка результатов измерений

№№ пп	№ № пробы (эталона)	Измерения без подложки (x 10^3 имп/мин)				Измерения с подложкой (x10^3 имп/мин)				
		N^{Cd}	N^{Ag}	$N^{Cd}-N^{Ag}$	$\Delta_{пр}=(N^{Cd}-N^{Ag})_{ср}$	N^{Cd}	N^{Ag}	$N^{Cd}-N^{Ag}$	$\Delta_{п+пр}=(N^{Cd}-N^{Ag})_{ср}$	$J_{п.пр}$
1.	Подложка	328,70 328,24	II4,29 II3,86	2I4,4I 2I4,38	$\Delta_{п}$=2I4,40					
2.	Пустая проба	I3,37 I3,I6	I2,94 I2,9I	0,43 0,25	Δ_{0}= 0,34	287,I7 286,92	II2,87 II2,80	I74,30 I74,I2	$\Delta_{п+о}$=I74,2I	$J_{п.о}=\Delta_{п+о}-\Delta_{0}$= =I73,87
3.	Исследуемая проба	56,99 56,2I	23,76 23,08	33,88 33,I3	$\Delta_{пр}$=33,50	233,77 234,I2	90,34 90,8I	I43,43 I43,3I	$\Delta_{п+пр}$=I43,37	$J_{п.пр}=\Delta_{п+пр}-\Delta_{пр}$= =I09,87
4.	Эталон 5% Sb	47,5I 47,80	23,72 23,7I	23,70 24,09	$\Delta_{эт}$=23,94	297,26 297,II	II4,59 II4,40	I82,67 I82,7I	$\Delta_{п+эт}$=I82,69	$J_{п.эт.}=\Delta_{п+эт.}-\Delta_{эт}$= =I58,75

№ I44-Б

4. Вычисление результатов анализа

Содержание сурьмы в пробе ($C_{пр}$) рассчитывают по формуле:

$$C_{пр} = \frac{C_{эт}\ J_{пр}\ P_{эт}}{i\ J_{эт}\ P_{пр}}$$

где $J_{пр}$ - интенсивность излучения от пробы: $J_{пр} = \Delta_{пр} - K_0 J_{п.пр}$

$(J_{п.пр} = \Delta_{п+пр} - \Delta_{пр})$

$J_{эт}$ - интенсивность излучения от эталона: $J_{эт} = \Delta_{эт} - K_0 J_{п.эт}$

$(J_{п.эт} = \Delta_{п+эт} - \Delta_{эт})$

K_0 - коэффициент, учитывающий влияние состава пробы на разность скоростей счета, измеренных с различными фильтрами: $K_0 = \frac{\Delta_0}{J_{п.0}}$ $\quad (J_{п.0} = \Delta_{п+0} - \Delta_0)$

i - поправка, учитывающая различия абсорбционных свойств исследуемой и эталонной пробы и равная $B_{эт}/B_{пр}$, где B - поправочный коэффициент, который находят в табл.6 по величине $\Delta_п/J_{п.пр}$ или $\Delta_п/J_{п.эт}$.

Индекс п+пр означает, что данная вел..ина относится к одновременному измерению пробы и подложки, экранированной пробой; индекс п.пр. означает, что данная величина представляет разность между результатом одновременного измерения пробы и экранированной ею подложки и результатом измерения пробы без подложки.

Пример расчета содержания сурьмы дан в табл.5.

Таблица 5

Форма записи в журнале расчета

№ № пробы (эталона)	$\Delta_{пр}$	$\Delta_{п+пр}$	$J_{п.пр}$	$\frac{\Delta_п}{J_{п.пр(эт)}}$	$B_{пр(эт)}$	i	$K_0 J_{п.пр(эт)}$	$J_{пр(эт)}$	$P_{пр(эт)}$	$C_{пр}$
Подложка	214,40		K_0= 0,002							
Пустая проба	0,34	174,21	173,87							
Исследуемая проба	23,50	143,37	109,87	1,95	1,37	0,85	0,22	33,28	1,977	7,97%
Эталон 5% Sb	23 ,94	182,68	158,75	1,35	1,16	-	0,32	23,62	1,903	

$$C_{пр} = \frac{5.33,28.1,903}{0,85.23,62.1,977} = 7,97\%$$

Таблица 6

Значения поправочных коэффициентов $B_{пр\ (эт)}$ для различных отношений $\frac{\Delta n}{J_{п.пр(эт)}}$

Значения коэффициента $B_{пр\ (эт)}$											Значение поправки x 10^2								
0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
1,0	1,00	1,05	1,09	1,14	1,18	1,22	1,25	1,29	1,32	1,35	0	1	1	2	2	3	3	3	4
2,0	1,39	1,42	1,45	1,47	1,50	1,53	1,55	1,58	1,60	1,62	0	1	1	1	2	2	2	2	3
3,0	1,65	1,67	1,69	1,71	1,73	1,75	1,77	1,79	1,81	1,83	0	1	1	1	1	1	2	2	2
4,0	1,85	1,87	1,88	1,90	1,92	1,93	1,95	1,97	1,98	1,99	0	0	1	1	1	1	1	1	2
5,0	2,01	2,03	2,04	2,06	2,07	2,08	2,10	2,11	2,12	2,14	0	0	1	1	1	1	1	1	1
6,0	2,15	2,16	2,18	2,19	2,20	2,21	2,22	2,24	2,25	2,26	0	0	0	1	1	1	1	1	1
7,0	2,27	2,28	2,29	2,30	2,31	2,33	2,34	2,35	2,36	2,37	0	0	0	1	1	1	1	1	1
8,0	2,38	2,39	2,40	2,41	2,42	2,43	2,44	2,44	2,45	2,46	0	0	0	0	1	1	1	1	1
9,0	2,47	2,48	2,49	2,50	2,51	2,52	2,53	2,53	2,54	2,55	0	0	0	0	1	1	1	1	1

Таблица 5

Форма записи в журнале расчета

№ № пробы (эталона)	$\Delta_{пр}$	$\Delta_{п+пр}$	$Э_{п.пр}$	$\frac{\Delta_п}{Э_{п.пр(эт)}}$	$в_{пр(эт)}$	i	$K_0 Э_{п.пр(эт)}$	$Э_{пр(эт)}$	$Р_{пр(эт)}$	$С_{пр}$
Подложка	214,40		K_0= 0,002							
Пустая проба	0,34	174,21	173,87							
Исследуемая проба	23,50	143,37	109,87	1,95	1,37	0,85	0,22	33,28	1,977	7,97%
Эталон 5% Sb	23 ,94	182,68	158,7b	1,35	1,16	-	0,32	23,62	1,903	

$$С_{пр} = \frac{5.33,28.1,903}{0,85.23,62.1,977} = 7,97\%$$

Таблица 6

Значения поправочных коэффициентов $B_{пр\ (эт)}$ для различных отношений $\frac{\Delta n}{J_{п.пр(эт)}}$

Значения коэффициента $B_{пр\ (эт)}$											Значение поправки x 10^2								
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
1,0	1,00	1,05	1,09	1,14	1,18	1,22	1,25	1,29	1,32	1,35	0	1	1	2	2	3	3	3	4
2,0	1,39	1,42	1,45	1,47	1,50	1,53	1,55	1,58	1,60	1,62	0	1	1	1	2	2	2	2	3
3,0	1,65	1,67	1,69	1,71	1,73	1,75	1,77	1,79	1,81	1,83	0	1	1	1	1	1	2	2	2
4,0	1,85	1,87	1,88	1,90	1,92	1,93	1,95	1,97	1,98	1,99	0	0	1	1	1	1	1	1	2
5,0	2,01	2,03	2,04	2,06	2,07	2,08	2,10	2,11	2,12	2,14	0	0	1	1	1	1	1	1	1
6,0	2,15	2,16	2,18	2,19	2,20	2,21	2,22	2,24	2,25	2,26	0	0	0	1	1	1	1	1	1
7,0	2,27	2,28	2,29	2,30	2,31	2,33	2,34	2,35	2,36	2,37	0	0	0	1	1	1	1	1	1
8,0	2,38	2,39	2,40	2,41	2,42	2,43	2,44	2,44	2,45	2,46	0	0	0	0	1	1	1	1	1
9,0	2,47	2,48	2,49	2,50	2,51	2,52	2,53	2,53	2,54	2,55	0	0	0	0	1	1	1	1	1

№ 145-46

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУРЬМЫ В ТОНКИХ СЛОЯХ[x)]

Реактивы и материалы

1. Барий сернокислый х.ч.
2. Серебро азотнокислое х.ч.
3. Сурьма пятисернистая х.ч.
4. Окись кадмия х.ч.
5. Ацетон технический.
6. Парафин очищенный.
7. Раствор канифоли или целлулоида (фотопленка без эмульсии) в ацетоне. Консистенция раствора должна быть такой, чтобы фильтровальная бумага, смоченная им, после высыхания не коробилась.
8. Фильтры.
9. Пустая (нулевая) проба. В качестве пустой пробы используется порода, не содержащая сурьмы и близкая по составу к исследуемым пробам.
10. Эталонная проба. Эталонной пробой служит стандартный образец с содержанием сурьмы 1% или искусственная проба, изготовленная на основе пустой пробы путем добавления пятисернистой сурьмы до расчетной концентрации. Для определения сурьмы в диапазоне ее содержания от 0,03 до 12% достаточно одной эталонной пробы, так как линейный характер зависимости скорости счета от содержания сурьмы сохраняется до 11-12%. Пробы, содержащие более 12% сурьмы, необходимо разбавлять, используя в качестве разбавителя пустую пробу.
11. Искусственная проба, содержащая 10% бария. Искусственную пробу готовят на основе пустой пробы, добавляя к ней сернокислый барий до расчетной концентрации.

---

x) Внесена в НСАМ Киргизской геофизической экспедицией Управления геологии Киргизской ССР.

Аппаратура и оборудование

1. Рентгенорадиометрический анализатор "Минерал-3" в комплектации, выпускаемой заводом[4].

2. Радиоактивный изотоп тулий-170 в виде ампулированного источника активностью 0,1 г-экв. радия.

3. Аналитические или торзионные весы.

Ход анализа

1. Приготовление проб, эталонов, пустых проб и излучателей для юстировки фильтров

Навеску 28–32 мг пробы, истертой до 200 меш, берут на весах с точностью до 0,1-0,2 мг. Из фильтровальной бумаги нарезают просечкой 20–30 кружков диаметром 54 мм и укладывают их на дно стакана, входящего в комплект прибора. В стакан ввинчивают вкладыш, через отверстие которого засыпают в стакан пробу и наливают 3-4 мл ацетона[x]. Стакан закрывают кружком кальки и резиновой крышкой, несколько раз встряхивают и ставят на ровную горизонтальную площадку. После того, как ацетон профильтруется через бумагу, фильтр с пробой вынимают из стакана, смачивают 3-4 каплями раствора канифоли или целлулоида в ацетоне, высушивают в течение 1-2 минут на воздухе и вставляют в оправу.

Аналогичным образом приготовляют эталонные пробы, пустые пробы и излучатели для юстировки фильтров.

2. Подготовка прибора

Прибор проверяют и настраивают на K_β- линию сурьмы по прилагаемой к нему инструкции[4]. Коэффициент усиления, ширину окна дискриминатора, расстояние от источника до пробы, от детектора до пробы подбирают так, чтобы обеспечивалось наилучшее соотношение сигнал-фон.

---

x) Ацетон является токсичным веществом, поэтому работать с ним следует в вытяжном шкафу под тягой.

3. Приготовление и юстировка фильтров

Дифференциальные фильтры готовят из азотнокислого серебра и окиси кадмия. В качестве связующего материала используют парафин.

Фильтры рассчитывают, приготовляют и юстируют, руководствуясь инструкцией к прибору "Минерал-3"[4].

Для проверки и юстировки фильтров готовят излучатели на основе пустой пробы с содержанием олова 5% и с содержанием теллура 5%. Излучатели, как и пробы, готовят на фильтровальной бумаге.

Фильтры считаются сбалансированными, если соблюдается (с точностью 1-2%) равенство:

$$N_{Sn}^{Cd} \approx N_{Sn}^{Ag} \quad \text{и} \quad N_{Te}^{Cd} \approx N_{Te}^{Ag},$$

где N – скорость счета (индексы вверху означают фильтр, индексы внизу – состав излучателя).

Дополнительная юстировка заключается в следующем: с помощью пустой пробы и пробы, содержащей 10% бария, добиваются, чтобы разности скоростей счета импульсов с кадмиевым и серебряным фильтрами от пустой пробы (Δ_0) и от пробы, содержащей 10% бария (Δ_{Ba}), удовлетворяли условие $\Delta_0 \geqslant \Delta_{Ba}$. Обычно это легко достигается с помощью кружков из алюминиевой фольги, которые добавляют к тому или другому фильтру.

4. Определение содержания сурьмы

1. Оправу с закрепленной в ней пробой устанавливают в одно из гнезд прободержателя.

2. Прободержатель вводят в окно штатива прибора и устанавливают таким образом, чтобы излучение источника падало на пробу.

3. В течение одной минуты измеряют скорость счета от пробы (имп/мин) с кадмиевым ($N_{пр}^{Cd}$) и с серебряным ($N_{пр}^{Ag}$) фильтрами.

4. Повернув оправу на 180°, повторно измеряют скорости счета с обоими фильтрами в обратном порядке ($N_{пр}^{Ag}$, $N_{пр}^{Cd}$).

I начале и в конце измерения каждой серии проб(I0-I5 шт.) измеряют скорость счета от пустой пробы, от эталонной пробы и от пробы, содержащей I0% Ba.

Результаты измерений записывают в журнал по форме, показанной в табл.7.

Ежедневные измерения скорости счета от искусственной пробы, содержащей I0% Ba, позволяют своевременно зафиксировать разбаланс фильтров. В этом случае фильтры юстируют дополнительно.

5. Вычисление результатов анализа

Содержание сурьмы в пробе ($C_{пр}$) рассчитывают по формуле:

$$C_{пр} = K \cdot \frac{J_{пр}}{P_{пр}} , \qquad (I)$$

где

$$K = \frac{C_{эт} P_{эт}}{J_{эт}} \qquad (2)$$

$P_{пр}$, $P_{эт}$ – вес исследуемой и эталонной пробы, мг:
$J_{пр}$, $J_{эт}$ – интенсивность аналитических линий излучения от исследуемой и от эталонной пробы.

Величины $J_{пр}$ и $J_{эт}$ определяют следующим образом:

I. По результатам двукратных измерений эталонной и исследуемой проб определяют среднюю величину разности скоростей счета с фильтрами: $\Delta_{пр} = (N_{пр}^{Cd} - N_{пр}^{Ag})_{ср}$

$$\Delta_{эт} = (N_{эт}^{Cd} - N_{эт}^{Ag})_{ср}$$

2. По результатам двукратных измерений пустой пробы определяют среднюю величину разности скоростей счета с фильтрами: $\Delta_o = (N_o^{Cd} - N_o^{Ag})_{ср}$

3. Определяют интенсивность аналитических линий от исследуемой и от эталонной пробы:

$$J_{пр} = \Delta_{пр} - \Delta_o ; \quad J_{эт} = \Delta_{эт} - \Delta_o$$

4. По величинам $C_{эт}$, $P_{эт}$, $J_{эт}$ рассчитывают по формуле(2) коэффициент К, а затем по формуле (I) определяют содержание сурьмы в пробе. Пример расчета дан в табл.7.

Таблица 7

Форма записи результатов и пример расчета

№№ п/п	№ № пробы	P мг	t мин	Скорость счета x10³, имп. Cd N	Ag N	$N^{Cd}-N^{Ag}$	$\Delta=(N^{Cd}-N^{Ag})_{ср}$	$J=\Delta-\Delta_0$	$K=\frac{C_{эт}P_{эт}}{J_{эт}}$	$C_{пр}=K\frac{J_{пр}}{P_{пр}}$
I	пустая	30	I	38,00	36,27	I,73	I,84			
			I	38,05	36,I0	I,95				
2	I0% Ba	30	I	I05,29	I03,50	I,79	I,75			
			I	I05,53	I03,67	I,86				
3	Эталон I% Sb	30	I	66,90	40,50	26,40	26,45	24,6I	I,22	-
			I	66,94	40,44	26,50				
4	4432I	29,7	I	4I,99	37,33	4,66	4,63	2,79	"	0,II%
			I	4I,96	37,35	4,6I				
5	44327	30	I	45,28	37,28	8,00	7,68	5,84	"	0,24%
			I	45,08	37,72	7,36				

$$K=\frac{C_{эт}\cdot P_{эт}}{J_{эт}}=\frac{I,30}{24,6I}=I,22$$

Проба 4432I: $C_{пр}=K\frac{J_{пр}}{P_{пр}}=I,22\ \frac{2,79}{29,7}=0,II\%$

Проба 44327: $C_{пр}=K\frac{J_{пр}}{P_{пр}}=I,22\ \frac{5,84}{30}=0,24\%$

№ I45-ФФ

Техника безопасности

При выполнении анализа необходимо соблюдать правила техники безопасности, предусмотренные для работы с радиоактивными источниками. Подробно эти вопросы изложены в инструкции к прибору "Минерал-3"[4] и в специальных инструкциях по технике безопасности [2,3].

Литература

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

2. Нормы радиационной безопасности (НРБ-69). Атомиздат, М., 1972.

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

4. Техническое описание и инструкция по эксплуатации рентгенорадиометрического анализатора "Минерал-3", I967.

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

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

Заказ № 27. Л-83364. 28/X-77г. Объем 0,7 уч.-изд.л.
Тираж 450

Ротапринт ОЭП ВНИИСа

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

Количественный анализ

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,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
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-I0 интр (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68%
УIII	Качественный анализ		Точность определения не нормируется

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

gost.e-ecolog.ru