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

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 142-ЯФ

# ХРОМ

Москва
1977

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа ГГК СССР № 229 от 18 мая 1964 года

7. Министерству геологии и охраны недр Казахской ССР, главным управлениям и управлениям геологии и охраны недр при Советах Министров союзных республик, научно-исследовательским институтам, организациям и учреждениям Госгеолкома СССР:

а) обязать лаборатории при выполнении количественных анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами, а также Научным советом, по мере утверждения последних ВИМСом.

При отсутствии ГОСТов и методов, утвержденных ВИМСом, разрешить временно применение методик, утвержденных в порядке, предусмотренном приказом от 1 ноября 1954 г. № 998;

в) выделить лиц, ответственных за выполнение лабораториями установленных настоящим приказом требований к применению наиболее прогрессивных методов анализа.

Приложение № 3, § 3. Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим путем.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Ядерно-физические методы
Инструкция № 142-ЯФ

# ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА В ПОРОШКОВЫХ ПРОБАХ ХРОМИТОВЫХ РУД И ПРОДУКТОВ ИХ ОБОГАЩЕНИЯ

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

В соответствии с приказом Министра геологии № 496 от 29 октября 1976г. инструкция № 142-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 № I42-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Министра геологии № 496 от 29.X.1976г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 28 от I9 января 1976г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с I августа 1977г.

# ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА В ПОРОШКОВЫХ ПРОБАХ ХРОМИТОВЫХ РУД И ПРОДУКТОВ ИХ ОБОГАЩЕНИЯ[x)]

## Сущность метода

Хром определяют флуоресцентным рентгенорадиометрическим методом по интенсивности его характеристического излучения, возбуждаемого в пробе радиоактивным изотопом $^{I2}$. В настоящей инструкции, разработанной Л.И. Вознесенским, М.К. Совцовой, В.Г. Пущанским и В.В. Савельевым, предусмотрено применение источника первичного гамма-излучения на основе изотопа $Cd^{109}$ с энергией основной линии 22,6 кэв[II]. В качестве детектора используется пропорциональный счетчик с ксеноновым наполнителем.

Хром определяется в насыщенных слоях. Измерения выполняются по способу спектральных отношений ( $\eta$ ). Аналитическим параметром является отношение

$$\eta = \frac{n_x}{n_s}, \qquad (I)$$

где $n_x$ – число импульсов, зафиксированных за время t в канале регистрации $K_\alpha$ -линии характеристического излучения хрома (5,4 кэв).

$n_s$ – число импульсов, зафиксированных за время t в канале регистрации рассеянного пробой излучения основной линии изотопа $Cd^{109}$.

x) Внесена в НСАМ лабораторией ядерной геофизики ВИРТа, 1976г.

Проведение измерений по способу спектральных отношений позволяет снизить влияние неоднородности вещественного состава проб, изменений крупности и плотности исследуемого материала, непостоянства расстояния датчик - проба, аппаратурной нестабильности, а также упростить учет изменений активности источника и обеспечить высокую чувствительность определения хрома рентгенорадиометрическим методом в области рудных концентраций хрома[2-5].

Содержание хрома в пробе определяется по градуировочному графику зависимости величины спектрального отношения ( $\eta$ ) от содержания хрома в пробе (С). Для построения градуировочного графика используются пробы хромитовых руд, содержание хрома в которых установлено химическими методами анализа. Результаты химического анализа должны быть подтверждены результатами контрольного химического анализа по зашифрованным пробам с отклонением в пределах допустимой погрешности.

Определению хрома мешает железо, присутствующее в хромитовых рудах, $K_\alpha$ - линия которого (6,4 кэв) возбуждается источником $Cd^{109}$ одновременно с $K_\alpha$- линией хрома. Влияние железа выражается в завышении скорости счета в канале регистрации характеристического излучения хрома вследствие недостаточного энергетического разрешения пропорциональных счетчиков и дополнительного избирательного возбуждения хрома $K_\alpha$- линией характеристического излучения железа, а также в изменении абсорбционных свойств пробы по отношению к рассеянному излучению источника. Вклад излучения $K_\alpha$- линии железа в канал регистрации характеристического излучения хрома можно существенно уменьшить, применяя хромовый фильтр оптимальной плотности, избирательно поглощающий излучение железа. Влияние эффекта избирательного возбуждения и изменений абсорбционных свойств пробы исключается введением поправки на содержание железа в пробе. Оптимальная плотность хромового фильтра составляет 15-20 мг/см$^2$.

Метод рекомендуется для определения хрома при содержаниях более 20% $Cr_2O_3$ и до 25% FeO . Среднеквадратичная погрешность определения хрома в указанном диапазоне содержаний составляет $\pm$ 0,4% $Cr_2O_3$ . При определении меньших содержаний хрома точность анализа снижается.

Практически метод опробован на приборе БРА-6 на рудах месторождений Южно-Кемперсайской группы при содержаниях в пробах от 15 до 60% $Cr_2O_3$ и от 7 до 25% FeO. Руды известных в СССР и за рубежом месторождений хромитов незначительно отличаются от руд этого месторождения по вещественному составу[9]. Диапазон изменения содержаний хрома и железа в рудах всех известных месторождений хромитовых руд практически укладывается в указанные пределы. Кроме хрома и железа в них в заметных количествах могут присутствовать магний (7-20% MgO), алюминий (5-24% $Al_2O_3$), кремний (3,5-27% $SiO_2$). В небольших концентрациях присутствует кальций (от долей до первых единиц процентов CaO). Содержанием остальных элементов с точки зрения влияния на точность рентгенорадиометрического определения хрома можно пренебречь.

## Аппаратура

1. Приборы БРА-6, "Квант", "Тагара" (РПС4-01) или другая аналогичная аппаратура для рентгенорадиометрического анализа насыпных слоев порошковых проб в геометрических условиях широких расходящихся пучков. Конструктивные особенности аппаратуры БРА-6 и "Квант" обеспечивают по сравнению с другими приборами более высокую производительность.

2. Радиоактивный изотоп $Cd^{109}$ активностью 5 милликюри в металлических ампулах цилиндрической формы диаметром 10 мм (ТУ И-174-71) или 3 мм (ТУ И-155-71), высотой 5 мм и 3 мм соответственно[11].

## Ход анализа

### 1. Подготовка проб к анализу

Анализируемые пробы должны быть истерты до крупности ~200 меш; вес пробы- ~50 г. Мерной ложкой отбирают 10 $см^3$ пробы, всыпают в кювету несколько выше краев, уплотняют и разглаживают поверхность пробы стеклянной пластинкой. Количество и степень уплотнения порошка должны быть постоянны. Кюветы должны быть одинаковой высоты и диаметра с одинаковой высотой бортиков. Анализируемые пробы нельзя хранить в помещениях с повышенной влажностью.

Для контроля градуировочного графика готовят твердые

эталоны (3–5 шт.) в виде плоско-параллельных дисков (по размерам кювет) из рудного материала, равномерно перемешанного со связующей основой: клей БФ-2, полистирол (при прессовании) и т.п. Содержание хрома в эталонах подбирают таким образом, чтобы равномерно охватить весь диапазон содержаний, по которым строится градуировочный график.

## 2. Подготовка аппаратуры

Прибор проверяют и настраивают по прилагаемой к нему инструкции[1]. Подбирают оптимальное расстояние между детектором и пробой, обеспечивающее наилучшие условия возбуждения и регистрации характеристического излучения хрома и минимальное рассеяние первичного излучения деталями датчика и пробоподающего устройства. Для дополнительного снижения уровня фона за счет рассеяния первичного излучения деталями прибора можно покрыть рассеивающие поверхности металлическим кадмием. Критерием правильности выбора геометрических условий служит достижение наилучшей чувствительности, характеризующейся наибольшим относительным изменением величины спектрального отношения на единицу изменения содержания определяемого элемента.

Прибор настраивают таким образом, чтобы при 5%- ной ширине окна дискриминатора максимум аппаратурного спектра характеристического излучения хрома и рассеянного пробой излучения источника наблюдался при 75%-ном уровне дискриминации, а верхняя граница шумов не превышала 15%-ного уровня динамического диапазона[x]. Прибор настраивают регулировкой усиления сигнала, а при недостаточном диапазоне регулировки также дополнительным подбором высокого напряжения на счетчике.

При настройке прибора на измерение интенсивности $K_\alpha$-линии хрома в датчике прибора под облучение помещают пробу или твердый эталон с большим содержанием хрома (45–50% $Cr_2O_3$). При настройке прибора на измерение интенсивности рассеянного излучения в датчик прибора под облучение помещают пробу материала с малым $Z_{эфф}$, например: стекло, плексиглас, пластилин,

x) Различие приборов по технике настройки и измерений не принципиальны и отражены в заводских инструкциях по эксплуатации аппаратуры. Рекомендуемые конструктивные изменения в электронной схеме прибора БРА-6 даны в приложении I

порошок $SiO_2$ или $Al_2O_3$, хромитовая руда или твердый эталон с низким содержанием хрома (20–25% $Cr_2O_3$).

Правильность настройки прибора, качество пропорционального счетчика и работу прибора в целом проверяют, снимая спектры одной-двух эталонных проб. Спектр снимают во всем динамическом диапазоне прибора при ширине окна 5% и изменении уровня дискриминации с интервалами 5% (рис. I).

При нормальном режиме работы приборов ЕРА-6 или "Квант" максимумы амплитудного распределения характеристического излучения хрома и рассеянного пробой первичного излучения изотопа $Cd^{109}$ должны находиться на уровне дискриминации 75%; ширина фотопика хрома на половине высоты должна составлять не более 20% динамического диапазона, что соответствует разрешению пропорционального счетчика по $K_\alpha$ – линии хрома ~27%; уровень шумов не должен превышать I5%-ного уровня дискриминации.

Такой режим работы прибора обеспечивает оптимальные условия отделения полезного сигнала от шумов и рассеянного излучения при измерениях с широким окном.

## 3. Определение содержания хрома

Анализируемую пробу помещают под зондовое устройство датчика (под облучение). Последовательно измеряют интенсивность характеристического и рассеянного излучения[x]. Наибольшая точность и производительность достигаются при измерениях с широким окном: 50% динамического диапазона при пороге дискриминации 50%.

Продолжительность измерений (экспозиция) определяется скоростью счета и должна обеспечивать относительную статистическую ошибку не более I%. Статистическую ошибку ($\sigma_{ст.}$) вычисляют по формуле:

$$\sigma_{ст.} = \sqrt{\sigma^2_{ст.x} + \sigma^2_{ст.s}}, \qquad (2)$$

где $\sigma_{ст.x} = \frac{\sqrt{n_x}}{n_x} \cdot 100\%$, $\sigma_{ст.s} = \frac{\sqrt{n_s}}{n_s} \cdot 100\%$

x) При работе с двухканальным рентгенорадиометрическим анализатором характеристическое и рассеянное излучение измеряют одновременно.

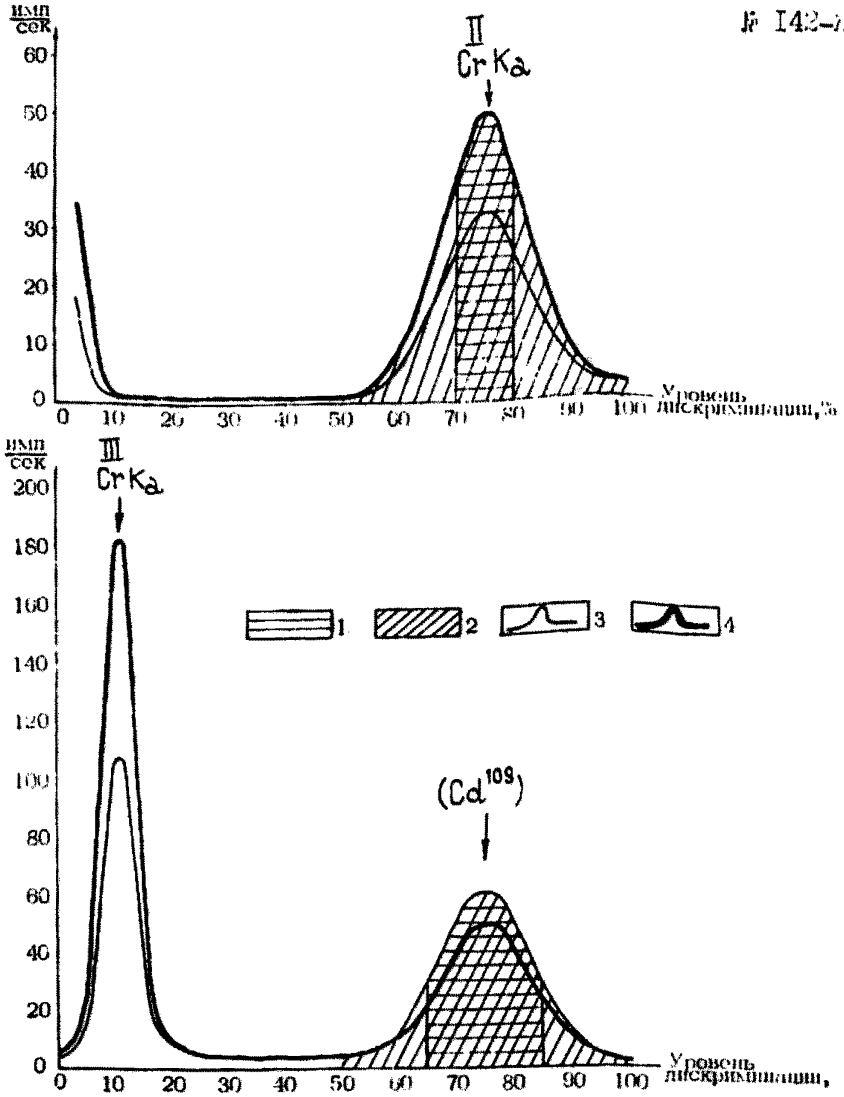


Рис. I. Аппаратурные спектры проб хромитовой руды (прибор ЬРА-6, источник первичного излучения $Cd^{109}$, детектор - ксеноновый пропорциональный счетчик).

II- аппаратурный спектр характеристического излучения хрома, снятый при втором положении переключателя "измерение";

III- аппаратурный спектр характеристического излучения хрома и рассеянного пробой излучения изотопа $Cd^{109}$, снятый при третьем положении переключателя "измерение".

I- анализируемая часть спектра при измерениях с шириной окна 10% (II) и 20%(III);
2- анализируемая часть спектра при измерениях с шириной окна 50%;
3- проба, содержащая 32,7% $Cr_2O_3$ и 10,4% FeO;
4- проба, содержащая 55,9% $Cr_2O_3$ и 10,8% FeO.

Суммарная экспозиция измерений характеристического и рассеянного излучений при широком (50%) окне, активности источника 5 милликюри и плотности хромового фильтра ~ 20 мг/см$^2$ для БРА-6 составляет около двух минут.

Чтобы сохранить постоянство статистической погрешности анализа, экспозицию измерений по мере распада источника первичного излучения необходимо соответственно увеличивать.

Для исключения случайных ошибок в процессе массовых измерений экспозиция и коэффициент пересчета должны быть постоянными в течение длительного (3-6 месяцев) срока. При выборе их следует руководствоваться условиями обеспечения указанной статистической точности и имеющимися пределами выбора экспозиции.

Показания приборов, соответствующие числу зарегистрированных квантов рентгеновского излучения ( $n_x$ ) записывают в графу 3 лабораторного журнала (приложение 2); показания, соответствующие числу зарегистрированных квантов рассеянного излучения ( $n_s$ ) - в графу 4.

## 4. Построение градуировочного графика

Для градуировки прибора используют 20-30 порошковых проб, представляющих руды изучаемого геологического объекта, с точно установленным химическим анализом содержанием хрома в диапазоне определяемых содержаний (с интервалами ~ 1% $Cr_2O_3$ ). Содержание железа в пробах должно соответствовать среднему содержанию железа для руд данного геологического объекта с точностью ± 0,5% FeO . Использование для градуировки искусственных проб и смесей химических реактивов не допускается. Подготовка градуировочных проб к анализу и ход анализа на приборе аналогичны подготовке и анализу исследуемых проб.

По результатам рентгенорадиометрического определения вычисляют значения спектральных отношений ( $\eta$ ) и на миллиметровой бумаге строят график зависимости величины $\eta$ от содержания хрома (% $Cr_2O_3$) в пробах С (рис.2) Масштаб графика должен обеспечивать определение с точностью 0,1% $Cr_2O_3$.

При построении графика корреляционной зависимости $\eta = f(C)$, представляющего собою линию, усредняющую результаты анализа градуировочных проб , необходимо следить за тем, чтобы суммы

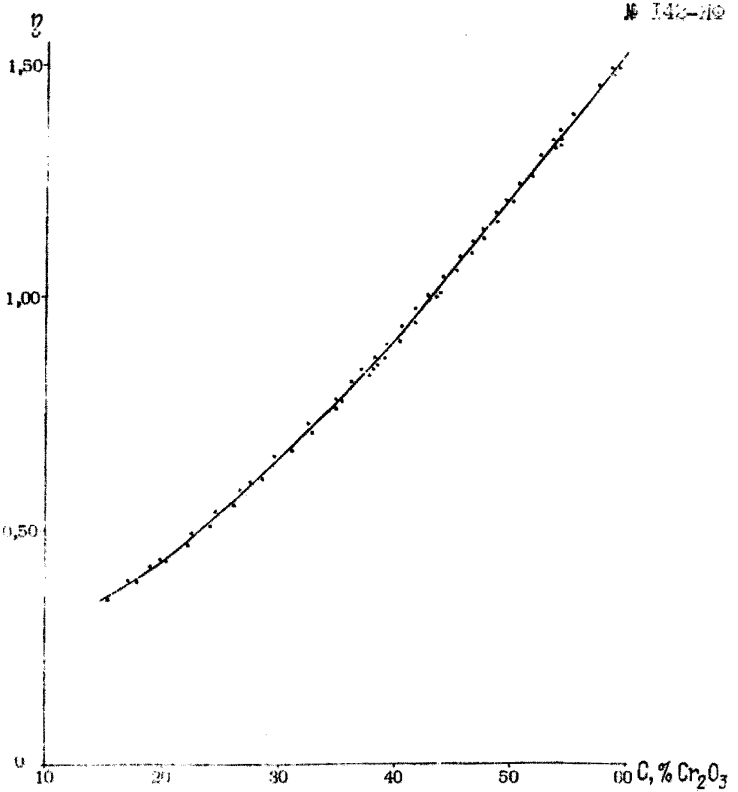


Рис. 2. Градуировочный график (зависимость величины спектрального отношения $\eta$ от содержания хрома С).

положительных и отрицательных отклонений отдельных точек в % $Cr_2O_3$ были равны. Несоблюдение этого условия ведет к систематической ошибке в результатах анализа.

Сроки повторной и последующих градуировок зависят от стабильности работы прибора.

## 5. Вычисление результатов анализа

Вычисляют спектральное отношение $\eta$ по формуле (I). Содержание хрома определяют по предварительно построенному градуировочному графику $\eta = f(C)$. Полученные значения

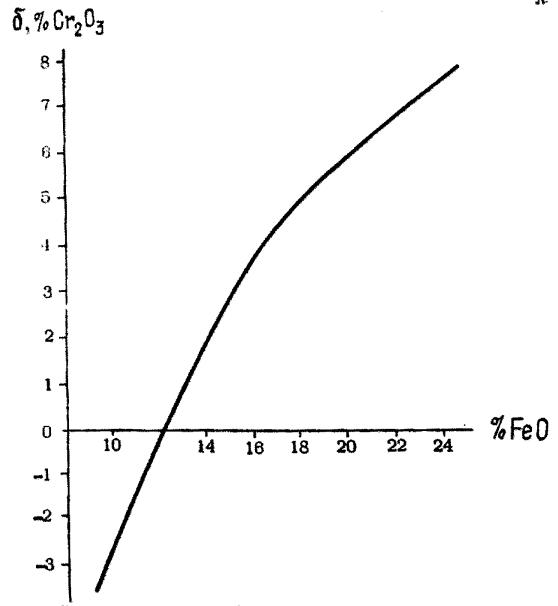


Рис.3. Вспомогательный график зависимости величины поправки δ от содержания железа.

записывают в графу 6 лабораторного журнала (приложение 2).

При анализе бурых руд, для которых характерно повышенное содержание железа (бурые руды легко диагностируются визуально и имеют ограниченное распространение), а также при выполнении высокоточных анализов в полученные значения вносят поправку на содержание железа. Эту поправку определяют по вспомогательному графику (рис.3) зависимости величины поправки δ ( в % $Cr_2O_3$ ) от содержания железа в пробе (% FeO ). Содержание железа в пробе определяют рентгенорадиометрическим или химическим методом. Поправку на содержание железа δ вычитают из результатов определения хрома.

## 6. Построение вспомогательного графика

Для построения вспомогательного графика $\delta = f( C_{Fe} )$ используют 20-30 рудных проб данного месторождения с любыми

точно установленными химическим анализом содержаниями хрома. Содержание железа в этих пробах, также установленное химическими анализами, должно равномерно, с интервалами 0,5% FeO, характеризовать весь возможный диапазон его концентраций. В каждой пробе определяют содержание хрома рентгенорадиометрическим методом и для каждой пробы вычисляют величину $\delta$ как разность между содержаниями хрома (в % $Cr_2O_3$ ), установленными рентгенорадиометрическим и химическим методами:

$$\delta = C_{рр} - C_x \qquad (3)$$

## 7. Контроль стабильности аппаратуры

Для контроля стабильности аппаратуры определяют содержание хрома в твердых эталонах или в одной из проанализированных порошковых проб. Использование порошковых проб менее надежно, так как их трудно хранить в кюветах. Стабильность аппаратуры контролируется ежедневно перед началом работы и в течение всего рабочего дня через равные промежутки времени, но не реже, чем через час. Результаты измерений вносят в журнал контроля стабильности аппаратуры (приложение 3).

В каждом эталоне многократно (не менее 30 раз) определяют хром рентгенорадиометрическим методом. Содержание хрома в эталоне определяется по градуировочному графику и устанавливается как среднее значение многократных определений. Это значение носит условный характер, так как вещественный состав эталона, его физическое состояние отличны от состава и состояния тех проб, по которым строился градуировочный график.

Критерием стабильности аппаратуры служит величина среднеквадратичного отклонения ( $\sigma_{воспр.\ эт.}$ ) определяемого в эталоне содержания хрома. Эта величина характеризует аппаратурную воспроизводимость измерений.

Величину $\sigma_{воспр.\ эт.}$ вычисляют по формуле:

$$\sigma_{воспр.\ эт.} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{i=n} (C_{ср.} - C_i)^2}{n-1}}, \qquad (4)$$

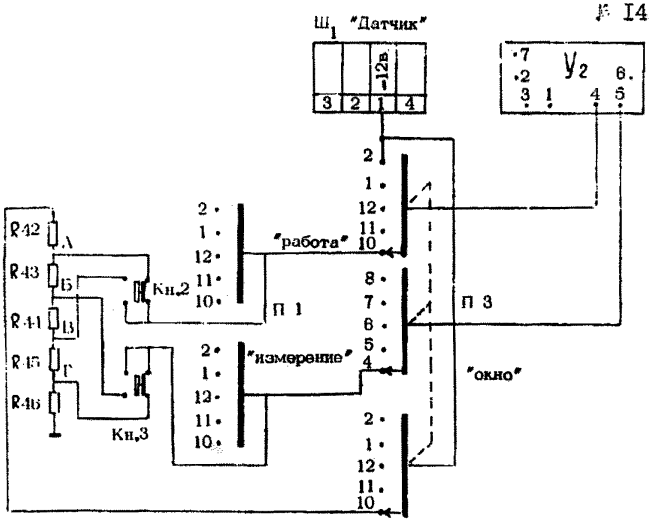


Рис.4. Схема делителя напряжения для увеличения ширины окна до 50% динамического диапазона в приборе БРА-Б.

где $C_{ср}$ – среднее содержание хрома в эталоне по данным рентгенорадиометрического анализа, %;

$C_i$ – содержание хрома в эталоне по данным i -го рентгенорадиометрического анализа, %;

n – число определений хрома в эталоне.

При нормальной работе аппаратуры среднее значение $\bar{C}_{воспр.эт.}$, вычисленное не менее, чем по тридцати измерениям, не должно превышать $\pm$ 0,35% $Cr_2O_3$. Нормальное отклонение результата единичного определения содержания хрома в эталоне от среднего значения не должно превышать $\pm$I,0% $Cr_2O_3$. Если отклонение составляет $\pm$ I,0% $Cr_2O_3$ или более, следует проконтролировать настройку и при необходимости снова настроить прибор. Если после настройки прибора при новых измерениях содержания хрома в эталоне несколько раз получаются отклонения более I,0% $Cr_2O_3$, необходимо проверить исправность прибора и сохранность эталона. Прибор считается исправным, если при 30 измерениях эталона в 20 случаях отклонение не превысит $\pm$ 0,35% $Cr_2O_3$, а отклонение более I,0% $Cr_2O_3$ встретится не более одного раза.

Для проверки сохранности эталона сравнивают отклонения для этого эталона с отклонениями для других, ранее проанализированных эталонов или проб.

После обнаружения и устранения неисправностей, а также после смены пропорциональных счетчиков, замены источников излучения, изменения их размещения и других операций, связанных с изменением геометрических условий измерения, прибор снова градуируют.

## 8. Оценка точности и контроль качества рентгенорадиометрического анализа

Точность рентгенорадиометрического определения оценивают по величине расхождения между данными первичного и повторного определения и между данными химического и рентгенорадиометрического определения.

Повторное рентгенорадиометрическое определение выполняют для проверки стабильности аппаратуры и качества работы оператора.

Контрольный химический анализ, помимо аппаратурной ошибки и качества работы оператора, позволяет выявить методическую ошибку рентгенорадиометрического определения.

Число повторных определений, выполняемых для оценки воспроизводимости, и контрольных химических определений устанавливается согласно методическим указаниям НСАМ "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ"[6]. Обработка и оценка получаемых данных выполняется согласно этим указаниям.

## 9. Техника безопасности

При выполнении анализа необходимо соблюдать правила техники безопасности, предусмотренные при работе с радиоактивными источниками[7,8].

## Литература

I. Бескристальный рентгеновский анализатор типа НРА-6. Паспорт, техническое описание и инструкция по эксплуатации. Одесса, 1970.

2. Вознесенский Л.И., Очкур А.П., Совцова М.К., Томский И.В. Рентгенорадиометрическое опробование руд черных металлов. В сб. "Внедрение и направления развития геофизических методов на горных предприятиях" ВИОГЕМ, Белгород, 1972, стр.20-23.

3. Вознесенский Л.И., Томский И.В., Малютин Е.И., Федоров С.Г., Рентгенофлуоресцентный экспресс-анализ хромитовых руд.Горный журнал № 2."Недра", 1971, стр. 72-74.

4. Мейер В.А., Нахабцев В.С, Раздельное определение тяжелых элементов в скважинах по характеристическому рентгеновскому излучению. В сб. "Вопросы рудной геофизики", вып. 6, ЛГУ, Л., 1965, стр. 34-42.

5. Мейер В.А., Очкур А.П., Кудрявцев Ю.Н., Леман Е.П., Большаков А.Ю., Нахабцев В.С. Способ спектральных отношений в рентгенорадиометрическом методе изучения элементного состава руд в естественных условиях. В сб. "Вопросы рудной геофизики", вып. 6, ЛГУ, Л., 1965, стр. 68-73.

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

7. Нормы радиационной безопасности (НРБ-69). Атомиздат, М., 1972, стр. 88.

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

9. Соколов Г.А. Хромиты урала, их состав, условия кристаллизации и закономерности распространения. Труды института геологических наук АН СССР, вып.97, серия рудных месторождений № 12, изд. АН СССР, 1948, стр. 128.

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

11. Циклотронные изотопы. Каталог. Атомиздат, М.,1967, стр.44

12. Якубович А.Л., Зайцев Е.И., Пржиялговский С.М. Ядерно-физические методы анализа минерального сырья. Атомиздат, М., 1973, стр. 392.

Приложение I

## Конструктивные изменения в электронной схеме прибора ЕРА-6

Для уменьшения влияния нестабильности аппаратуры на результаты измерений целесообразно работать с широким окном (50%). Поскольку в приборе ЕРА-6 не предусмотрена работа с таким окном, необходимо делитель $R_6 - R_{16}$ (см.рис.3 в инструкции к прибору[I]) заменить делителем $R_{42}$-$R_{46}$(см.рис.4 настоящей инструкции).

При установке переключателя "окно" в положение "работа" (см. рис.4) на делитель $R_{42} - R_{46}$ подается напряжение 12 в. Величина делителя поодобрана такая, чтобы в точках А-Г соответственно возникали потенциалы - 10в;-8,5в;- 6,5 в; -5,0 в. На дискриминирующие диоды $Д_7$ и $Д_2$ нижнего и верхнего порогов (входы 4 и 5 дифференциального дискриминатора $У_2$ ) в этом случае подаются запирающие напряжения - 5,0 в и -10,0 в.Таким образом достигается ширина окна 50% динамического диапазона.

Положение максимума амплитудного спектра импульсов на выходе дискриминатора контролируется с помощью кнопок 2 и 3 ("калибровка"). При нажатии на кнопку 2 на катод диода $Д_2$ подается напряжение смещения - 6,5 в,и показания стрелочного прибора соответствуют числу импульсов с амплитудой от 5,0 до 6,5 в ( $N_1$ ). При нажатии на кнопку 3 на катод диода $Д_7$ подается напряжение смещения - 8,5 в,и показания стрелочного прибора соответствуют числу импульсов с амплитудой от 8,5 до 10,0 в ( $N_2$ ). Значения $N_1$ и $N_2$ при правильной регулировке усиления должны быть равны.

Для увеличения продолжительности набора необходимую экспозицию измерений (см. Ход анализа, определение содержания хрома) можно обеспечить, увеличивая постоянную времени заряда конденсатора $C_3$ ($\tau = R_{12} \cdot C_3$)подбором резистора $R_{12}$ или конденсатора $C_3$ (см. рис.8 в инструкции к прибору[I]).

Приложение 2

Форма журнала лабораторных измерений

| №№ шп | № пробы | $n_x$ имп. | $n_э$ имп. | $\frac{n_x}{n_э}$ | С % $Cr_2O_3$ | $\delta$, % $Cr_2O_3$ поправка на содержание железа | С % $Cr_2O_3$ исправленное |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| I | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| 1 | I8I83 | I04 | I00 | I,04 | 40,3 | 0,3 | 40,0 |

Приложение 3

Форма журнала контроля стабильности аппаратуры

| №№ шп | Дата измерения | № № эталона | Среднее или экв. содерж. $C_{ср}$ % $Cr_2O_3$ | Измеренное содерж. в эталоне $C_i$ % $Cr_2O_3$ | $C_{ср}-C_i$ | $(C_{ср}-C_i)^2$ | Примечания |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| I | I7.УШ.7I | 3 | 42,5 | 42,0 | 0,5 | 0,25 | |
| 2 | | 3 | 42,5 | 42,4 | 0,I | 0,0I | |
| 3 | | 3 | 42,5 | 42,I | 0,4 | 0,I6 | |
| 4 | I8.УШ.7I | 3 | 42,5 | 4I,9 | 0,6 | 0,36 | |
| 5 | I9.УШ.7I | 3 | 42,5 | 4I,8 | 0,7 | 0,49 | |

| 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 |

Заказ № 10. Л-89216. 19/IX 1977г.
Тираж 450
Ротапринт ОЭП ВИМСа

# К Л А С С И Ф И К А Ц И Я

## лабораторных методов анализа минерального сырья по их назначению и достигаемой точности

| Категория анализа | Наименование анализа | Назначение анализа | Точность по сравнению с допусками внутрилабораторного контроля | Коэффициент к допускам |
|---|---|---|---|---|
| I. | Особо точный анализ | Арбитражный анализ, анализ эталонов | Средняя ошибка в 3 раза меньше допусков | 0,33 |
| II. | Полный анализ | Полные анализы горных пород и минералов. | Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в пределах 99,5-100,5% | |
| III. | Анализ рядовых проб | Массовый анализ геологических проб при разведочных работах и подсчете запасов, а также при контрольных анализах. | Ошибки анализа должны укладываться в допуски | I |
| IУ. | Анализ технологических продуктов | Текущий контроль технологических процессов | Ошибки анализа могут укладываться в расширенные допуски по особой договоренности с заказчиком. | I-2 |
| У. | Особо точный анализ геохимических проб | Определение редких и рассеянных элементов и "элементов-спутников" при близких к кларковым содержаниях. | Ошибка определения не должна превышать половины допуска; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком. | 0,5 |
| УI. | Анализ рядовых геохимических проб | Анализ проб при геохимических и других исследованиях с повышенной чувствительностью и высокой производительностью. | Ошибка определения должна укладываться в удвоенный допуск; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком. | 2 |
| УП. | Полуколичественный анализ | Качественная характеристика минерального сырья с ориентировочным указанием содержания элементов, применяемая при металлометрической съемке и др. поисковых геологических работах | При определении содержания элемента допускаются отклонения на 0,5-I порядок. | |
| УШ. | Качественный анализ | Качественное определение присутствия элементов в минеральном сырье. | Точность определения не нормируется | |

gost.e-ecolog.ru