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

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 136-ЯФ

ВОЛЬФРАМ

Москва
1975

gost.e-ecolog.ru

Выписка из приказа ГГК СССР № 229 от I8 мая I964 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 I ноября I954г.№ 998;

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

ПРИЛОЖЕНИЕ № 3 § 8. 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 № 136-ЯФ

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОЛЬФРАМА В ПОРОШКОВЫХ ПРОБАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВУХСТУПЕНЧАТОГО ВОЗБУЖДЕНИЯ И СЕЛЕКТИВНОГО ФИЛЬТРА

Всесоюзный научно исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)

Москва, 1975

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 136-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 26 от 18 ноября 1974 г.)

Зам. председателя НСАМ Е.И.Железнова

Председатель секции ядерно-физических методов А.Л.Якубович

Ученый секретарь Р.С.Фридман

Инструкция № 136-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 26 от 18 ноября 1974 г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 сентября 1975 г.

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОЛЬФРАМА В ПОРОШКОВЫХ ПРОБАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВУХСТУПЕНЧАТОГО ВОЗБУЖДЕНИЯ И СЕЛЕКТИВНОГО ФИЛЬТРА[x)]

Сущность метода

Вольфрам определяют в порошковых пробах флуоресцентным рентгенорадиометрическим методом[1,4,5] по интенсивности его характеристического излучения, возбуждаемого в пробе излучением промежуточной мишени из свинца (75 кэв). Излучение мишени возбуждается радиоактивным источником селен-75 (E_1 = 138 кэв, E_2 = 269 кэв, E_3 = 403 кэв).

Определение ведут по K_λ - линиям вольфрама, для выделения которых применяют селективный фильтр из иттербия (Yb_2O_3) с поверхностной плотностью 0,22 г/см^2.

На рис. 1 приведены спектры излучения пустой ("нулевой") пробы и пробы, содержащей 1,5% WO_3 , полученные с использованием прибора "Минерал-3" при двухступенчатом возбуждении излучения в пробе и применении селективного фильтра.

Определению вольфрама мешают элементы группы лантаноидов (лантан - лютеций), а также гафний, тантал, рений.

В присутствии этих элементов результаты определения вольфрама завышаются:

x) Внесена в НСАМ ядерно-геофизической партией Киргизской геофизической экспедиции Управления геологии Киргизской ССР, 1974г.

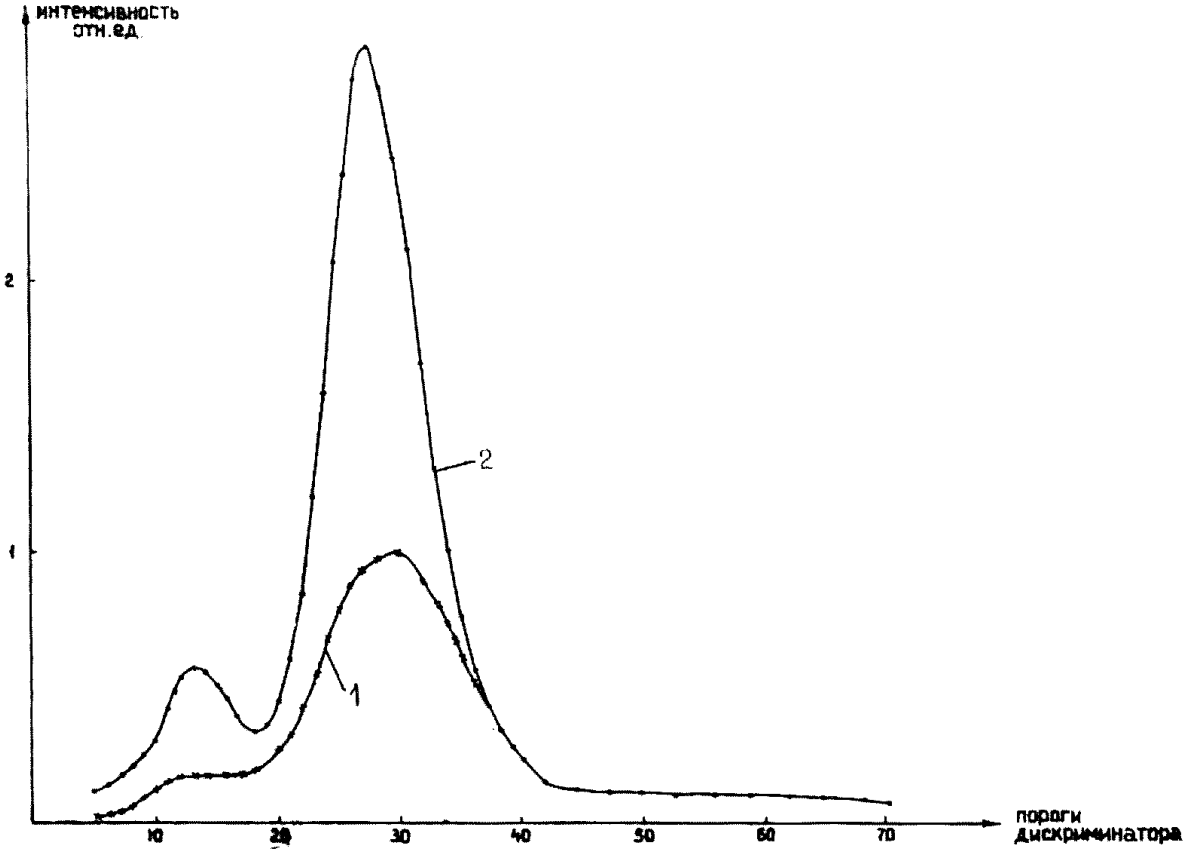

Рис. I. Спектры излучения "пустой" пробы (кривая I) и пробы, содержащей I,5% WO_3 (кривая 2).

I% лантана	эквивалентен	0,06%	WO_3;
I% церия	-"-	0,II%	WO_3;
I% празеодима	-"-	0,I6%	WO_3;
I% неодима	-"-	0,20%	WO_3;
I% прометия	-"-	0,24%	WO_3;
I% самария	-"-	0,28%	WO_3;
I% европия	-"-	0,32%	WO_3;
I% гадолиния	-"-	0,36%	WO_3;
I% тербия	-"-	0,40%	WO_3;
I% диспрозия	-"-	0,45%	WO_3;
I% гольмия	-"-	0,58%	WO_3;
I% тулия	-"-	0,66%	WO_3;
I% иттербия	-"-	0,73%	WO_3;
I% лютеция	-"-	0,79%	WO_3;
I% гафния	-"-	0,86%	WO_3;
I% тантала	-"-	0,94%	WO_3;
I% рения	-"-	I,04%	WO_3.

Метод рекомендуется для определения вольфрама, если мешающие элементы присутствуют в количествах, не вызывающих существенных погрешностей. Как правило, в оловянно-вольфрамовых рудах элементы группы лантаноидов, а также гафний, тантал, рений присутствуют в таких количествах, которые не мешают определению.

Вольфрам определяют относительным методом, сравнивая интенсивность аналитических линий вольфрама, содержащегося в исследуемой и в эталонной пробах. Интенсивность излучения вольфрама измеряют в промежуточных по поверхностной плотности слоях пробы (0,8I г/см^2). При этом интенсивность аналитической линии зависит не только от содержания вольфрама, но и от состава матрицы (наполнителя) пробы. Матричный эффект учитывают с помощью массовых коэффициентов поглощения исследуемых проб. Массовые коэффициенты определяют способом "подложки"[I].

Вклад рассеянного излучения в измеряемые скорости счета

учитывают по специальному графику зависимости величины вклада рассеянного излучения от массового коэффициента поглощения пробы.

Разработанная Ю.Я. Копытовым, А.С. Грибковым и В.А. Руф методика анализа в промежуточных слоях по способу "подложки" с использованием двухступенчатого возбуждения и селективного фильтра рекомендуется для рядовых определений вольфрама при содержании его от 0,0I - 0,02 % до 2 - 3% в порошковых пробах с различным вещественным составом.

Таблица I

Допустимые расхождения[2]

Содержание вольфрама,%	Допустимые расхождения отн.%
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

Методика опробована на оловянно-вольфрамовых месторождениях для анализа порошковых проб в диапазоне содержаний WO_3 0,0I-2,00%. Расхождения между результатами основных и повторных определений по опыту работы ЦЛ Управления геологии Киргизской ССР даны в табл. 2.

Таблица 2

Расхождения между основными и повторными определениями по данным авторов

Содержание вольфрама %	Среднеквадратичные расхождения σ отн. %	Запас точности $\frac{D}{2\sqrt{2}\,\sigma}$
I,0 - I,99 0,5 - 0,99	3,2	2,5
0,2 - 0,499 0,I - 0,I99	6,0	I,85
0,05 - 0,099	I5,5	0,94
0,02 - 0,049 0,0I - 0,0I9	28	0,78

Реактивы и материалы

I. Стронций углекислый ч.д.а.
2. Ангидрид вольфрамовый х.ч.
3. Окись алюминия ч.д.а.
4. Окись железа ч.д.а.
5. Окись иттербия ч.д.а. (2,5 г)
6. Окись кальция ч.д.а.
7. Окись кремния ч.д.а.
8. Окись меди ч.д.а.
9. Парафин для лабораторных целей, очищенный.
I0. Полистирол суспензионный марки "Б" или "ПС-С".
II. "Пустая" (иначе "нулевая") проба, не содержащая WO_3, тантала, рения, гафния, а также заметных ($\geq 0{,}0n$ %) количеств элементов с атомными номерами 50-83. Как правило, состав "пустой" пробы соответствует среднему составу вмещающих пород изучаемых месторождений.
I2. Искусственные смеси, не содержащие WO_3, изготовлен-

ные на основе "пустой" пробы и различных наполнителей (табл. 3).

Таблица 3

Искусственные смеси

№№ смесей	Состав смесей
I.	SiO_2
2.	"Пустая" проба
3.	I вес. часть Fe_2O_3 + 2,5 вес.части "пустой" пробы.
4.	-"- + 0,9 -"-
5.	-"- + 0,23 -"-
6.	I вес.часть $SrCO_3$ + 2,3 -"-
7.	-"- + I,7 -"-
8.	-"- + I,2 -"-
9.	-"- + 0,9 -"-
I0.	-"- + 0,7 -"-
II.	-"- + 0,5 -"-
I2.	-"- + 0,3 -"-

Компоненты смесей помещают в ступку, смачивают спиртом, тщательно перемешивают и истирают. Готовые смеси хранят в склянках с притертыми пробками.

I3. Эталонные образцы с достаточно надежно установленным содержанием вольфрама порядка 0,5% и I-3%. Наполнителем для этих образцов служит "пустая" проба. Эталонные образцы готовят искусственным путем, а затем тщательно контролируют химическим анализом содержание WO_3. Массовые коэффициенты поглощения "пустой" пробы и эталонных образцов должны быть одинаковыми.

I4. Подложка - плоско-параллельный диск из смеси вольфрамового ангидрида и полистирола (450 мг WO_3 и 800 мг

полистирола). Подложку готовят прессованием, затем закрепляют ее в отдельную оправу из плексигласа.

15. Селективный фильтр из иттербия. Приготовляют из окиси иттербия и парафина способом, изложенным в инструкции к прибору "Минерал-3"[3]. Оптимальная, установленная экспериментально поверхностная плотность фильтра равна 0,22 г/см^2.

Аппаратура и оборудование

А. Выпускаемое промышленностью

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

2. Радиоактивный ампулированный источник селен-75 активностью 0,05-0,1 г.- экв. радия.

3. Весы аналитические.

4. Пресс гидравлический на 200 кг/м^2, выпускаемый заводом "Физприбор".

5. Ступки фарфоровые с пестиками.

Б. Специально изготовляемое

1. Мишень параболическая, выполненная из свинца (рис. 2).

2. Выходной коллиматор, выполненный из свинца. Отверстие коллиматора облицовано кадмием толщиной 1 мм (рис. 2).

3. Защитный конус из свинца для экранирования пробы от прямого воздействия источника (рис. 2).

4. Защитный экран из свинца (рис. 2).

5. Цанга источникодержателя, выполненная из дюралюминия: окно выполнено из плексигласа толщиной 1 мм (рис. 3 В).

6. Пуансон, выполненный из стали, и направляющие из латуни для выравнивания поверхности пробы в кювете (рис. 3, А и Б).

7. Кюветы и оправы из плексигласа (рис. 4).

Мишень и коллиматор специального изготовления помещают в штатив прибора "Минерал-3" вместо серийно изготовленных узлов. Ампулированный источник селен-75 помещают в источ-

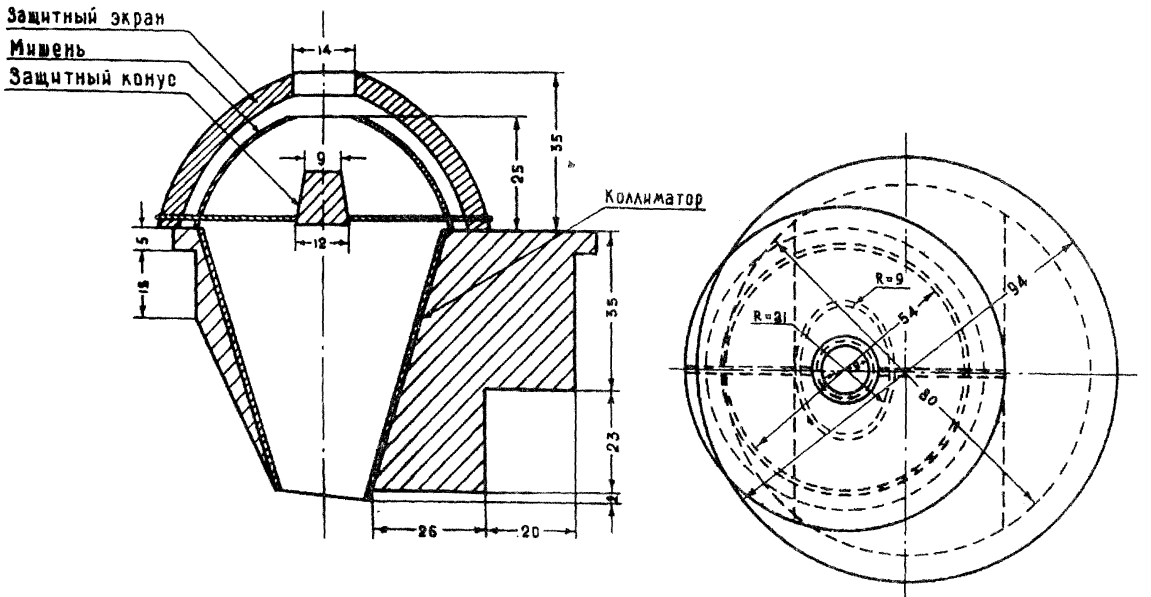

Рис. 2. Мишень с выходным коллиматором, защитный конус и защитный экран.

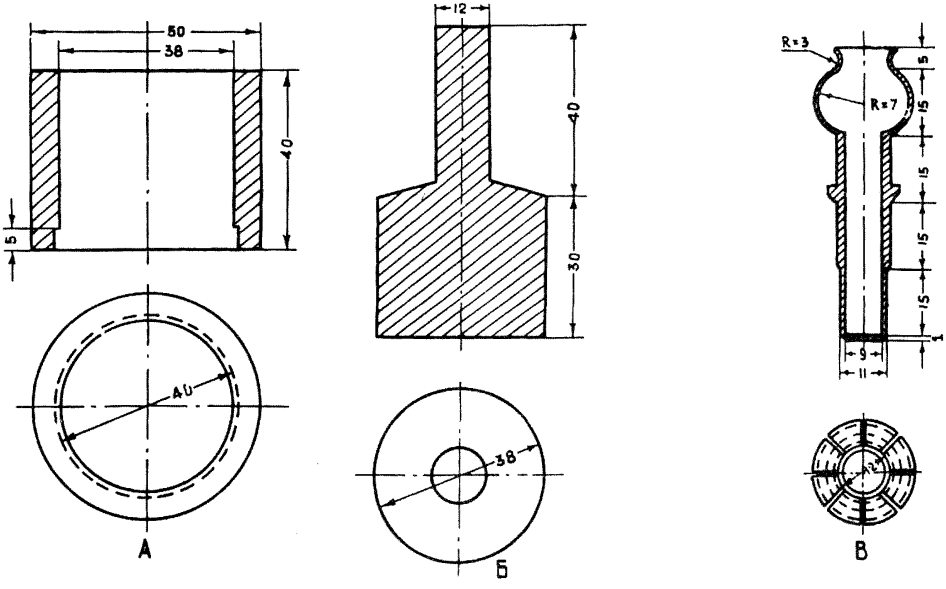

Рис. 3. Приспособление для подготовки проб.
А – направляющая, Б – пуансон, В – цанга источникодержателя.

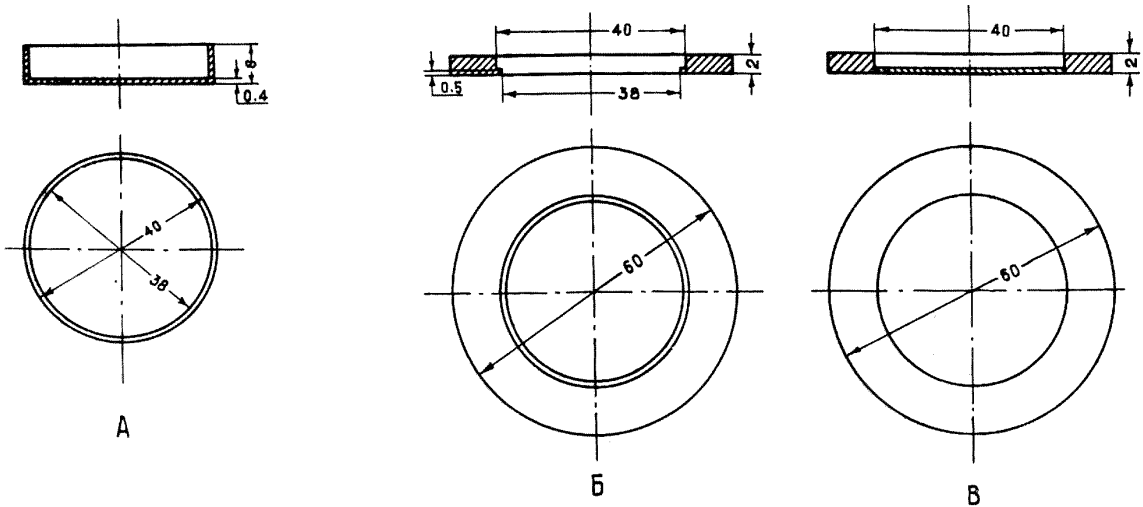

Рис. 4. Кюветы и оправы.
А - кювета, Б - оправа без подложки, В - оправа с подложкой.

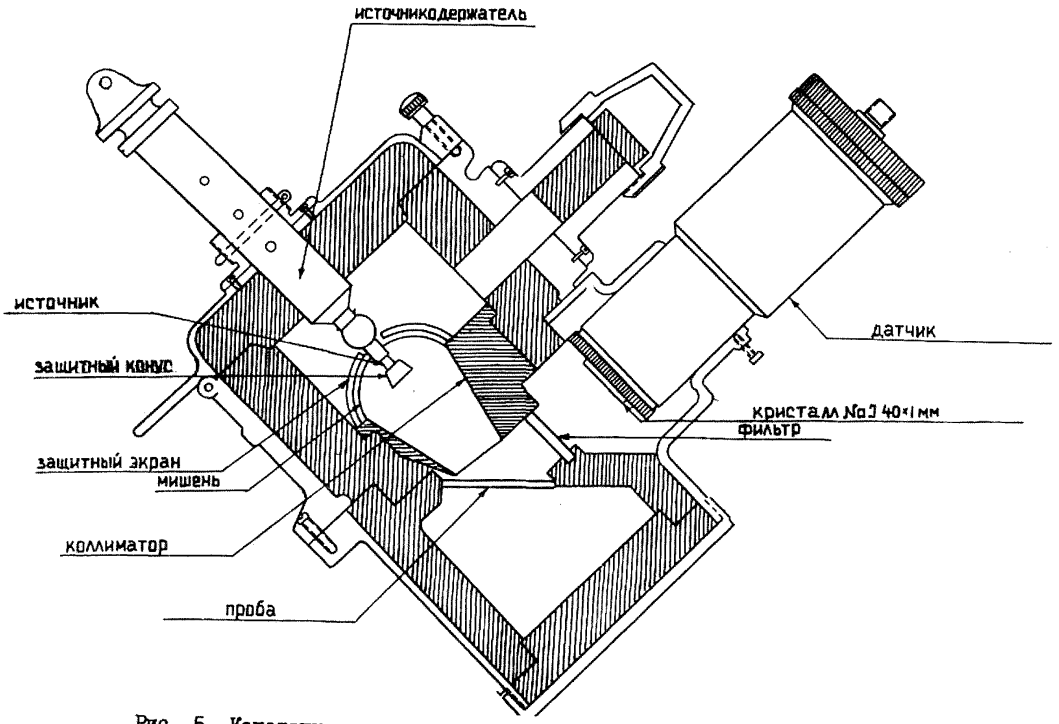

Рис. 5. Конструктивные изменения в штативе прибора "Минерал-3".

никодержатель, который через отверстия в крышке штатива и мишени придвигают вплотную к защитному конусу. Конструктивные изменения в штативе прибора "Минерал-3" показаны на рис.5.

Ход анализа

I. Подготовка проб к анализу

Навеску 9 г истертой до -0,074 мм (-200 меш) пробы всыпают в кювету и тщательно выравнивают ее поверхность пуансоном.

II. Подготовка прибора к работе

Прибор "Минерал-3" проверяют и настраивают согласно техническому описанию[3]. Фотопик $K_{\alpha_1\alpha_2}$ - линий вольфрама устанавливают по подложке, проверяя его положение два - три раза в день.

III. Определение содержания вольфрама

I. В одно из гнезд прободержателя устанавливают подложку, закрепленную в оправе из плексигласа, в другое - пустую оправу такой же толщины, как первая.

2. Кювету с пробой устанавливают в гнездо прободержателя поверх пустой оправы.

3. Прободержатель вводят в штатив прибора и устанавливают с помощью фиксаторов под поток излучения промежуточной мишени.

4. Дважды измеряют интенсивность излучения от пробы с иттербиевым фильтром. Продолжительность одного измерения - I мин.

5. Выдвигают прободержатель и помещают кювету с пробой в другое гнездо прободержателя поверх оправы с подложкой.

6. Дважды измеряют интенсивность излучения от пробы с подложкой с иттербиевым фильтром. Продолжительность одного измерения - I мин.

7. Измерения каждой серии проб (I0 - I5 шт.) начинают и заканчивают измерением интенсивности излучения от подложки

с установленной на ней пустой кюветой, от эталонной пробы и "пустой" пробы. "Пустую" пробу измеряют без подложки.

Форма записи результатов измерений дана в табл. 4.

IУ. Вычисление результатов

Содержание вольфрама (или WO_3) в исследуемой пробе при измерениях в промежуточных слоях рассчитывают по формуле[5]:

$$C_{пр} = \frac{C_{эт}}{\mathcal{J}_{эт}} \mathcal{J}_{пр} \frac{\bar{\mu}_{пр}\rho}{1-e^{-\bar{\mu}_{пр}\rho}} \cdot \frac{1-e^{-\bar{\mu}_{эт}\rho}}{\bar{\mu}_{эт}\rho},$$

где $C_{эт}$ – содержание вольфрама в эталонной пробе, % WO_3;

$\mathcal{J}_{пр}, \mathcal{J}_{эт}$ – скорости счета, соответствующие интенсивностям аналитических линий вольфрама от исследуемой и от эталонной проб, имп/мин;

$\bar{\mu}_{пр}, \bar{\mu}_{эт}$ – приведенные массовые коэффициенты поглощения для пробы и для эталона, $см^2/г$;

ρ – поверхностная плотность, $г/см^2$.

Величины, входящие в расчетную формулу, определяют следующим образом:

I. Результаты двукратных измерений интенсивности излучения от "пустой" пробы, эталонной пробы и исследуемых проб с подложкой ($N_{пр+п}$) и без подложки ($N_{пр}$) усредняют (графы 5 и 7 табл. 4).

2. Измеряют интенсивность излучения от пустой кюветы с подложкой – $\mathcal{J}_{п.к}$.

3. Рассчитывают скорость счета только от подложки, перекрытой эталонной и исследуемыми пробами (графа 8 табл.4).

$$\mathcal{J}_{п.эт} = \bar{N}_{п+эт} - \bar{N}_{эт}; \quad \mathcal{J}_{п.пр} = \bar{N}_{п+пр} - \bar{N}_{пр},$$

где $\bar{N}_{п+пр}$ и $\bar{N}_{п+эт}$ – средние скорости счета от эталонной и исследуемой проб с подложкой, имп/мин;

$\bar{N}_{пр}$ и $\bar{N}_{эт}$ – средние скорости счета от исследуемой и эталонной проб, имп/мин.

4. Определяют отношения $\frac{\mathcal{J}_{п.к}}{\mathcal{J}_{п.эт}}$ и $\frac{\mathcal{J}_{п.к}}{\mathcal{J}_{п.пр}}$ (графа 9 табл. 4).

5. По предварительно построенному графику зависимости $\frac{\vartheta_{п.к}}{\vartheta_{п.пр}} = f(\bar{\mu}\rho)$ (рис. 6) находят величины $\bar{\mu}_{эт}\rho$ и $\bar{\mu}_{пр}\rho$, соответствующие расчетным значениям $\frac{\vartheta_{п.к}}{\vartheta_{п.эт}}$ и $\frac{\vartheta_{п.к}}{\vartheta_{п.пр}}$ (графа I0 табл. 4).

6. По величине $\bar{\mu}_{эт}\rho$ находят коэффициент $f(\bar{\mu}_{эт}\rho) = \frac{1-e^{-\bar{\mu}_{эт}\rho}}{\bar{\mu}_{эт}\rho}$ в соответствующей графе табл. 5.

7. По величине $\bar{\mu}_{пр}\rho$ находят коэффициенты $f(\bar{\mu}_{пр}\rho) = \frac{\bar{\mu}_{пр}\cdot\rho}{1-e^{-\bar{\mu}_{пр}\rho}}$ в соответствующих графах табл.5.

8. Находят произведение коэффициентов $f(\bar{\mu}_{эт}\rho)\cdot f(\bar{\mu}_{пр}\rho)$ для исследуемых проб (графа I4 табл. 4).

9. Вычисляют интенсивность аналитических линий от эталонов за вычетом фона рассеянного излучения (графа I3, табл. 4).

$$\vartheta_{эт} = \bar{N}_{эт} - \bar{N}_0,$$

где N_0 – скорость счета излучения от "пустой" пробы, имп/мин.

I0. По предварительно построенному графику зависимости $\frac{N}{N_0} = f(\bar{\mu}_{пр}\rho)$ (рис. 7) находят величины $\frac{N}{N_0}$, соответствующие найденным для исследуемых проб значениям $\bar{\mu}_{пр}\rho$ (графа II, табл. 4).

II. Находят значения скорости счета рассеянного излучения для исследуемых проб по найденным значениям $\frac{N}{N_0}$ (графа I2 табл. 4).

$$N_ф = \bar{N}_0\left(\frac{N}{N_0}\right).$$

I2. Вычисляют интенсивность аналитических линий от пробы за вычетом фона рассеянного излучения:

$$\vartheta_{пр} = \bar{N}_{пр} - N_ф.$$

I3. Вычисляют коэффициент $K = \frac{C_{эт}}{\vartheta_{эт}}$. (табл.4).

I4. Вычисляют содержание вольфрама по формуле

$$C_{пр} = K\vartheta_{пр}\cdot f(\bar{\mu}_{эт}\rho)\cdot f(\bar{\mu}_{пр}\rho)$$ (графа I5 табл.4).

Примеры расчета содержаний даны в табл. 4.

Построение графика зависимости $\frac{J_{п.к}}{J_{п.пр}} = f(\bar{\mu}\rho)$ (рис. 6).

Из известного соотношения $\frac{J_{п.пр}}{J_{п.к}} \approx e^{-\bar{\mu}\rho}$ можно расчетным путем определить значение $\bar{\mu}\rho$ для исследуемых проб[I].

Однако чтобы исключить погрешности, связанные с фильтрованием первичного излучения в пробе, вкладом рассеянного излучения и т.д., величины $\bar{\mu}\rho$ определяют по графику, построенному для ряда элементов, окислов и соединений: Al ; SiO_2 ; CaO ; 1ч. CuO + 1ч. SiO_2 ; CuO ; F_2O_3 . Эти элементы и соединения охватывают весь практически встречающийся диапазон изменения массовых коэффициентов поглощения исследуемых проб (0,5 - 2,0 $см^2/г$).

По измерениям этих соединений с подложкой и без подложки определялись величины $\frac{J_{п.к}}{J_{п.пр}}$ для каждого излучателя. Для построения графика расчетная формула преобразуется следующим образом:

$$\bar{\mu}_{пр}\rho = 2{,}3 \lg\left(\frac{J_{п.к}}{J_{п.пр}}\right).$$

По оси ординат в логарифмическом масштабе откладывают величины $\frac{J_{п.к}}{J_{п.пр}}$, по оси абсцисс в линейном масштабе – значения $\bar{\mu}_{пр}\rho$.

Значения $\bar{\mu} = \left(\frac{\mu_i}{\sin\varphi} + \frac{\mu_1}{\sin\varphi}\right)$ рассчитывают по табличным данным[5].

Линейность градуировочного графика позволяет проконтролировать его (один раз в месяц) по двум соединениям: SiO_2 и Fe_2O_3.

Построение графика зависимости рассеянного излучения от величины приведенного массового коэффициента поглощения (рис. 7).

При изменении матричного состава исследуемых проб меняется величина рассеянного излучения. Чтобы учесть эту величину, для каждой исследуемой пробы строят график зависимости величины рассеянного излучения от $\bar{\mu}_{пр}\rho$, используя искусственные смеси (табл. 3) из SiO_2, "нулевой" пробы и добавок к ней углекислого стронция, окиси железа.

Рис. 6. График зависимости $\frac{J_{п.к}}{J_{п.пр}}$ от $\bar{\mu}\rho$.

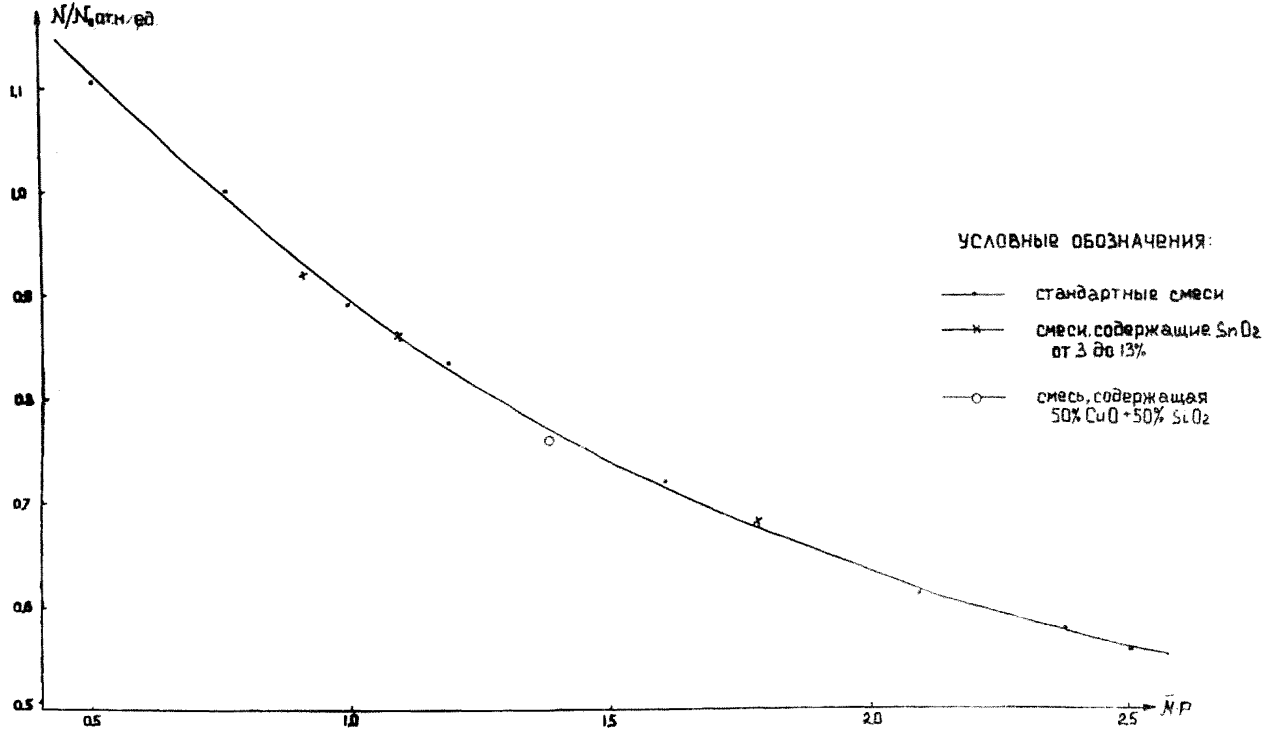

Рис. 7. График зависимости $\frac{N}{N_0}$ от $\bar{u}\rho$.

Таблица № 4

Форме записи результатов измерений и расчета содержаний в пробах

№№ пп	№ № проб	Продолжительность измерен. t мин.	Измерен. проб с подложкой (П+ПР)		Измерения проб без подложки (ПР)		$\vartheta_{п.пр} = \bar{N}_{п+пр} - \bar{N}_{пр} \times 10^3$	$\frac{\vartheta_{п.к}}{\vartheta_{п.пр}}$	$(\mu\rho)$	$\frac{N}{N_0}$	$N_{ф} = N(\frac{N}{N_0}) \times 10^3$	$\vartheta_{пр} = \bar{N}_{пр} - N_{ф} \times 10^3$	$f(\mu_{эт}\rho) \times f((\mu_{пр}\rho)$	$C_{WO_3} = K \times \vartheta_{пр} \times f(\mu_{эт}\rho) \times f(\mu_{пр}\rho)\%$
			$N_{п+пр} \times 10^3$	среднее значен. $\bar{N}_{п+пр} \times 10^3$	$N_{пр} \times 10^3$	среднее значен. $\bar{N}_{пр} \times 10^3$								
I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	II	I2	I3	I4	I5
	Пустая кювета	I	83,53	83,50										
	(п/к)	I	83,48											
	Эталон 0,465%	I	I09,70	I09,55	64,79	64,75	45,80	I,83	0,745			23,83		
		I	I09,40		64,7I									
	"пустая" проба (п/п)	I			4I,04									
		I			40,8I	40,92								
	34545	I	II9,58	II9,50	76,93	76,63	42,87	I,95	0,82	0,965	35,40	37,23	I,03	0,75
		I	II9,48		76,33									
	34I97	I	97,26	97,I3	46,04	46,05	5I,08	I,64	0,63	I,045	42,70	3,35	0,95	0,06
		I	97,0I		46,06									

$$K = \frac{C_{эт}}{\vartheta_{эт}} = \frac{0,465}{64,75-40,92} = 0,0195$$

№ I36-ФФ

Таблица № 5

Таблицы расчетных коэффициентов $f(\mu_{пр}\rho)=\frac{\mu_{пр}\rho}{1-e^{-(\mu_{пр}\rho}}$

$\mu_{пр}\rho$	0	I	2	3	4	5	6	7	8	9
0,20	I,II	I,II5	I,I2	I,I25	I,I3	I,I35	I,I4	I,I45	I,I50	I,I55
0,30	I,I6	I,I65	I,I7	I,I75	I,I8	I,I85	I,I9	I,I95	I,20	I,205
0,40	I,2I	I,2I6	I,222	I,228	I,234	I,240	I,246	I,252	I,258	I;264
0,50	I,27	I,276	I,282	I,288	I,294	I,30	I,306	I,3I2	I,3I8	I,324
0,60	I,33	I,336	I,342	I,348	I,354	I,360	I,366	I,372	I,378	I,384
0,70	I,39	I,396	I,402	I,408	I,4I4	I,420	I,426	I,432	I,438	I,444
0,80	I,45	I,456	I,462	I,468	I,474	I,480	I,486	I,492	I,498	I,504
0,90	I,5I	I,5I7	I,524	I,53I	I,538	I,545	I,552	I,559	I,566	I,573
I,00	I,58	I,587	I,594	I,60I	I,608	I,6I5	I,622	I,629	I,636	I,643
I,I0	I,65	I,657	I,664	I,67I	I,678	I,685	I,692	I,699	I,706	I,7I3
I,20	I,72	I,727	I,734	I,74I	I,748	I,755	I,762	I,769	I,776	I,783
I,30	I,79	I,797	I,804	I,8II	I,8I8	I,825	I,832	I,839	I,846	I,853
I,40	I,86	I,867	I,874	I,88I	I,898	I,895	I,902	I,909	I,9I6	I,923
I,50	I,93	I,937	I,944	I,95I	I,958	I,965	I,972	I,979	I,986	I,993
I,60	2,00	2,007	2,0I4	2,02I	2,028	2,035	2,042	2,049	2,056	2,063

$$f(\mu_{эт}\rho) = \frac{1-e^{-\mu_{эт}\rho}}{\mu_{эт}\rho}$$

Продолжение табл. 5

$\mu_{эт}\rho$	0	I	2	3	4	5	6	7	8	9
0,20	0,900	0,8962	0,8924	0,8886	0,8848	0,88I0	0.8772	0,8734	0,8696	0,8658
0,30	0,862	0,8584	0,8548	0,85I2	0,8476	0,8440	0,8404	0,8368	0,8332	0,8296
0,40	0,826	0,822I	0,8I82	0,8I43	0,8I04	0,8065	0,8026	0,7987	0,7948	0,7909
0,50	0,787	0,7835	0,7800	0,7765	0,7730	0,7695	0,7660	0,7625	0,7590	0,7555
0,60	0,752	0,7487	0,7454	0,742I	0,7388	0,7355	0,7322	0,7289	0,7256	0,7223
0,70	0,7I9	0,7I6I	0,7I32	0,7I03	0,7074	0,7045	0,70I6	0,6984	0,6958	0,6929
0,80	0,690	0,6872	0,6844	0,68I6	0,6788	0,6760	0,6732	0,6704	0,6676	0,6648
0,90	0,662	0,659I	0,6562	0,6533	0,6504	0,6475	0,6446	0,64I7	0,6388	0,6359
I,00	0,633	0,6303	0,6276	0,6249	0,6222	0,6I95	0,6I68	0,6I4I	0,6II4	0,6087
I,I0	0,606	0,6035	0,60I	0,5985	0,596	0,5935	0,59I	0,5885	0,586	0,5835

Значения $(\bar{\mu}_{пр}\rho)$ для указанных соединений определяют по графику $\frac{J_{п.к}}{J_{п.пр}} = f((\bar{\mu}\rho))$: измеряют скорости счета излучения с подложкой и без нее, полученную величину делят на N_0 (величина фона "пустой" пробы) и результат откладывают по оси абсцисс.

График контролируют один раз в месяц.

Техника безопасности

При выполнении анализа необходимо соблюдать правила техники безопасности, предусмотренные для работы с радиоактивными источниками. Подробно эти вопросы изложены в инструкции по эксплуатации прибора "Минерал-3"[3].

Литература

I. Лосев Н.Ф. Количественный рентгеноспектральный флуоресцентный анализ. "Наука", М., I969.

2. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ. ВИМС, М., I973г.

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

4. Флуоресцентное рентгенорадиометрическое определение вольфрама в вольфрамовых рудах и продуктах их обогащения. Инструкция НСАМ № 99-ЯФ, ВИМС, М., I970.

5. Якубович А.Л., Зайцев Е.И., Прияльговский 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

Заказ № 37. Л-29832. I9/XI-75г.
Объем I,0 уч.-изд.л. 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	
УII	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.	
УIII	Качественный анализ	Качественное определение присутствия элемента в минеральном сырье	Точность определения не нормируется	

gost.e-ecolog.ru