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



Научный совет по аналитическим методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 96-ЯФ

ЦИРКОНИЙ

МОСКВА
1969

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 ВКНСом.

При отсутствии ГОСТов и методов, утвержденных ВКНСом, разрешить временно применение методик, утвержденных в порядке, предусмотренном приказом от I ноября I964 г. № 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 № 76-ЯФ

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИРКОНИЯ В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, МИНЕРАЛАХ, ЦИРКОНИЕВЫХ РУДАХ И В ПРОДУКТАХ ИХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья (ВИМС)

МОСКВА, 1969 г.

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 96 - ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - Ш категория.

(Протокол № 14 от 26.XП.68 г.)

Председатель НСАМ В.Г.Сочеванов

Председатель секции ядерно-физических методов А.Л.Якубович

Ученый секретарь Р.С.Фридман

Инструкция № 96 - ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным Советом по аналитическим методам (протокол № 14 от 26 декабря 1968 г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 сентября 1969 г.

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИРКОНИЯ В ГОРНЫХ ПОРОДАХ, МИНЕРАЛАХ, ЦИРКОНИЕВЫХ РУДАХ И В ПРОДУКТАХ ИХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ

Сущность метода

Цирконий определяют рентгенорадиометрическим методом [2,3,4] с использованием рентгенорадиометрического анализатора "Минерал-2" или "Минерал-3". Анализ ведут по K_{α} - линиям характеристического излучения циркония с применением дифференциальных фильтров из рубидия ($RbCO_3$) и стронция (SrO).

Определению циркония мешают стронций, торий и висмут, в присутствии которых получаются завышенные результаты (см. табл. I).

Таблица I

Количество циркония, эквивалентное 1% мешающего элемента (циркониевый эквивалент)

Мешающий элемент, 1%	Стронций	Торий	Висмут
Эквивалентное содержание циркония, %	0,25	0,14	0,05

Метод рекомендуется для определения циркония, если мешающие элементы присутствуют в количествах, не вызывающих существенных погрешностей в его определении. Если же мешающие элементы присутствуют в значительных количествах, и

содержание их известно[x], то методика может применяться, но из результата анализа следует вычесть поправку, которую находят, умножая содержание мешающего элемента, выраженное в процентах, на его циркониевый эквивалент.

Цирконий определяют относительным методом, сравнивая интенсивности аналитических линий циркония, содержащегося в исследуемой и эталонной пробах. Цирконий можно определять в тонких или в промежуточных слоях проб.

При измерениях тонких слоев (вес пробы ~ 30 мг) изменение состава матрицы (наполнителя) пробы практически не отражается на интенсивности аналитической линии. При измерениях промежуточных слоев пробы (вес пробы 1 г) интенсивность аналитической линии зависит не только от содержания циркония, но и от состава матрицы пробы. Матричный эффект устраняют, применяя способ "гипотетических эталонов" (способ "подложки")[2].

Методику измерений выбирают в зависимости от конкретных условий анализа[2]. Методика измерений в тонких слоях рекомендуется для анализа небольших количеств материала (например, при минералогических исследованиях). Методика очень проста, не требует дополнительного оборудования и позволяет определять цирконий в порошковых пробах при содержании его более 0,08%.

Методика измерений в промежуточных слоях обеспечивает лучший порог чувствительности и рекомендуется для анализа проб с меньшими содержаниями циркония - от 0,02% и выше.

Практически методики опробованы до содержаний ZrO_2 10%.

По данным исследований коэффициент вариации при определении циркония рентгенорадиометрическим методом составляет 19-9% при содержаниях ZrO_2 от 0,05% до 1% и 8-3% при содержаниях ZrO_2 от 1% до 10%.

---

x/ Содержание стронция можно определить рентгенорадиометрическим методом (см. инструкцию НСАМ № 95-ЯФ) с применением дифференциальных фильтров из брома (KBr) и рубидия ($RbCO_3$).

Таблица 2

Допустимые расхождения[I]

Содержание ZrO_2 %	Допустимые расхождения отн. %
5 - 9,99	7,0
2 - 4,99	7,9
I - I,99	I4
0,5 - 0,99	20
0,2 - 0,499	26
0,I - 0,I99	29
0,05 - 0,099	45

РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИРКОНИЯ В ПРОМЕЖУТОЧНЫХ СЛОЯХ[x/]

Метод рентгенорадиометрического определения циркония в промежуточных слоях разработан В.Н.Никитиным, Л.А.Оболенцевым и В.А.Сидоровым в I967 г.

Реактивы и материалы

I. Кальций углекислый (I00 г)
2. Рубидий углекислый х.ч. (2 г)
3. Окись алюминия (20 г)
4. Окись железа (20 г)
5. Двуокись кремния (I00 г)
6. Окись магния (I0 г)
7. Пятиокись ниобия х.ч. (I г)
8. Окись стронция х.ч. (2 г)
9. Окись титана (I0 г)
I0. Двуокись циркония х.ч. (20 г)

---

x/ Внесена в НСАМ Комплексной аналитической лабораторией ТОМЗ ЦНИГРИ, I968 г.

II. Полистирол в виде пудры или суспензионный марки "Б" (Кусковский химический завод Московской области) или марки "ПС-С" (Горловский азотно-туковый завод) - 0,3 г на пробу. Полистирол можно заменить полихлорвиниловой смолой суспензионной (ПХВ) - I,I г на пробу.

I2. Парафин для лабораторных целей, очищ. (I00 г).

I3. Эталоны. Готовят следующим образом: берут навески по I г из 20-30 проб, содержание циркония в которых установлено химическим путем. Истинным содержанием циркония в эталоне считают среднее арифметическое из содержаний циркония во всех взятых для приготовления эталона пробах.

Содержания циркония в эталоне и в анализируемой пробе должны быть близки, поэтому приготовляют несколько эталонов, содержание циркония в которых дано в таблице 3.

Таблица 3

Содержание циркония в пробах и в эталонах

Диапазон содержаний ZrO_2 в пробе, %	Приблизительное содержание в эталоне, %
0,0I - 0,99	0,I - I,0
I,00 - 4,99	2,0 - 4,0
5,00 -I4,99	3,0 -I2,0

Аппаратура и оборудование

А. Выпускаемое промышленностью

1. Рентгенорадиометрический анализатор "Минерал-2" или "Минерал-3" в комплектации, выпускаемой заводом[3].

2. Радиоактивный изотоп Tu - I70 активностью 0,I г экв радия.

3. Весы аналитические АДВ-200.

4. Пресс гидравлический на 200 кг/см^2, выпускаемый заводом "Физприбор" № 2 (рис. I).

5. Шкаф сушильный на 200^{0}С.

6. Ступки фарфоровые с пестиками.

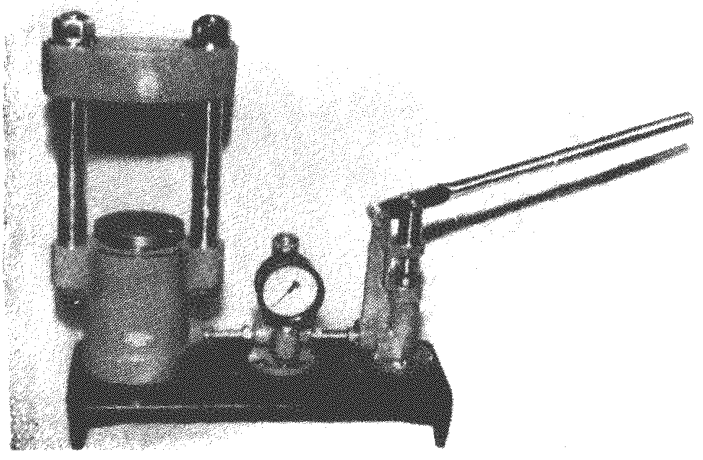

Рис. I. Пресс гидравлический (общий вид).

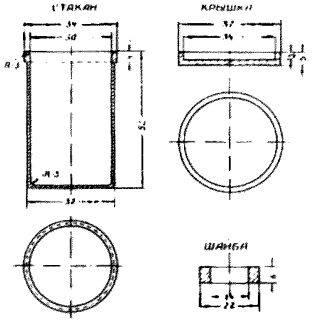

Рис. 2. Стакан для смешивания исследуемого материала с полистиролом. Стакан и крышка выполнены из нержавеющей стали, шайба- из латуни.

Б. Специально изготовляемое

I. Стаканы с плотно закрывающейся крышкой и с шайбой (рис. 2) для перемешивания исследуемого материала с полистиролом - I0 шт.

2. Оправа для пробы из оргстекла (рис. 3Б) - 3 шт.

3. Оправа для подложки из оргстекла (рис. 3А) - 3 шт.

Ход анализа

I. Подготовка проб к анализу

Анализируемые пробы, искусственные смеси и эталоны прессуют в виде плоскопараллельных дисков-таблеток с одинаковой для всех и равномерной поверхностной плотностью.

В качестве связующего вещества используют полистирол или полихлорвиниловую смолу. Навеску I,2 г истертой до 200 меш пробы и 0,3 г полистирола высыпают в стакан (рис.2, 4), в который предварительно помещают шайбу. Стакан закрывают крышкой и энергично встряхивают в течение I минуты. Из полученной однородной смеси берут I,25 г, засыпают в прессформу (рис. 4), поворотом поршня разравнивают смесь в горизонтальной плоскости и прессуют в течение I минуты под давлением I50 кг/см^2 (по манометру). Спрессованную таблетку выталкивают поршнем из цилиндра прессформы и маркируют ее мягким карандашом. Таким же образом готовят таблетки с полихлорвиниловой смолой, смешивая I,I г пробы и I,I г ПХВ; в прессформу засыпают 2 г полученной смеси.

Подложку изготовляют также в виде таблетки из смеси 0,75 г двуокиси циркония и 0,25 г полистирола или ПХВ.

II. Подготовка прибора к работе

Прибор проверяют и настраивают по прилагаемой к нему инструкции[3]. При настройке прибора следует установить такой коэффициент усиления и такую ширину окна дискриминатора, чтобы отношение корня квадратного из скорости счета фона к скорости счета полезного сигнала было минимальным.

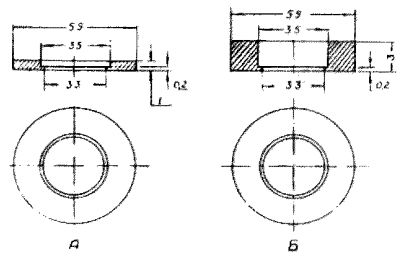

Рис. 3. Оправы из плексигласа:
А – для подложки, Б – для пробы (масштаб по вертикали увеличен в 5 раз).

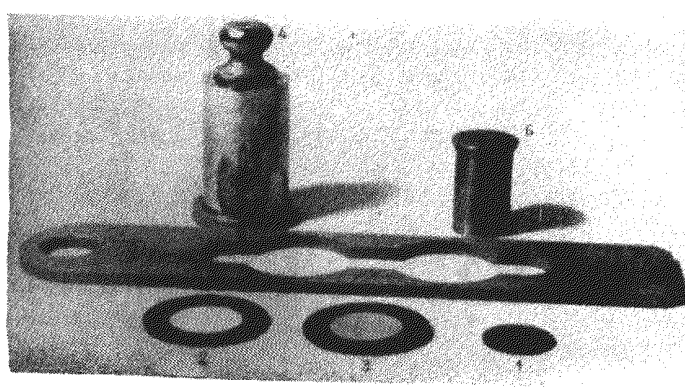

Рис. 4. Принадлежности для определения циркония:
1 – подложка; 2 – оправа для подложки;
3 – оправа для пробы; 4 – прессформа;
5 – кассета для проб (прободержатель);
6 – стакан для смешивания исследуемого материала с полистиролом.

Для проверки перегрузок усилительно-регистрирующего тракта прибора измеряют интенсивность излучения от ~ 1%-ного и ~ 10%-ного циркониевых эталонов при различных расстояниях между источником и пробой, начиная с большего. По 1%-ному эталону вычисляют содержание циркония в 10%-ном эталоне. При приближении источника к пробе вычисленное содержание в 10%-ном эталоне должно равняться фактическому с отклонением в пределах ошибок измерений. Получение меньших результатов означает появление просчета импульсов. В таком случае следует уменьшить импульсную загрузку прибора, увеличив расстояние от источника до пробы.

Дифференциальные фильтры изготовляют из соединений стронция (SrO) и рубидия (Rb_2CO_3). Способ расчета и приготовление описаны в инструкции, приложенной к прибору.

Для юстировки фильтров изготовляют 10%-ные излучатели из углекислого рубидия и пятиокиси ниобия. Разбаланс проверяют также на "пустых" пробах, приготовленных из $CaCo_3$, SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3 и т.д., не содержащих ZrO_2 .

Ш. Определение содержания циркония

1. В одно из гнезд прободержателя (рис. 4) устанавливают оправу с закрепленной в ней подложкой; в другое – пустую оправу для подложки.

2. Оправу с пробой ставят в гнездо прободержателя поверх пустой оправы для подложки.

3. Прободержатель вводят в штатив прибора и устанавливают его так, чтобы на пробу падало излучение источника.

4. Измеряют скорость счета (имп/мин) от пробы со стронциевым ($N'_{пр}$) и рубидиевым ($N''_{пр}$) фильтрами. Затем оправу с пробой поворачивают на 180^0 и измеряют скорость счета с обоими фильтрами в обратном порядке ($N''_{пр}$; $N'_{пр}$).

5. Оправу с пробой помещают во второе гнездо прободержателя поверх оправы с подложкой и измеряют скорость счета с обоими фильтрами от пробы с подложкой: $N'_{п+пр}$; $N''_{п+пр}$; $N''_{п+пр}$; $N'_{п+пр}$. . Повернув пробы на 180^0, повторяют измерение скорости счета с обоими фильтрами.

Измерение каждой серии проб начинают и заканчивают изме-

рением эталонной пробы и пустой (нулевой) пробы. При стабильно работающей аппаратуре эталонную и пустую пробу измеряют 2-3 раза в день.

Форма записи измерений приведена в табл. 5.

Продолжительность измерений одной пробы составляет: 10-12 минут при содержаниях ZrO_2 > 1% (по 1 мин. каждое измерение); 18-20 минут при содержании ZrO_2 < 1% (по 2 мин. каждое измерение).

IУ. Вычисление результатов

Содержание ZrO_2 в пробе ($C_{пр}$) рассчитывают по формуле:

$$C_{пр} = \frac{J_{пр} \cdot C_{эт}}{J_{эт} \cdot i_{пр}} \qquad (I)$$

Величины, входящие в расчетную формулу (I), определяют следующим образом:

1. По результатам измерений пустой (нулевой) пробы определяют среднюю величину разбаланса фильтров Δ_o

$$\Delta_o = (N'_o - N''_o)_{ср} .$$

2. По результатам измерений эталонной и исследуемой проб без подложки определяют среднюю разность скоростей счета с одним и другим фильтрами

$$\Delta_{эт} = (N'_{эт} - N''_{эт})_{ср}$$

$$\Delta_{пр} = (N'_{пр} - N''_{пр})_{ср} .$$

3. Определяют значения $J_{пр}$ и $J_{эт}$, пропорциональные интенсивности аналитических линий от исследуемой и эталонной проб

$$J_{пр} = \Delta_{пр} - \Delta_o$$

$$J_{эт} = \Delta_{эт} - \Delta_o$$

4. По результатам измерений эталонной и исследуемой проб с подложкой определяют среднюю разность скоростей счета с одним и другим фильтром

$$\Delta_{п+эт} = (N'_{п+эт} - N''_{п+эт})_{ср}$$

$$\Delta_{п+пр} = (N'_{п+пр} - N''_{п+пр})_{ср}$$

5. Определяют интенсивность излучения аналитической линии от подложки при перекрытии ее эталонной ($J_{п.эт}$) и исследуемой ($J_{п.пр}$) пробами.

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

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

6. Вычисляют значение $S_{пр}$

$$S_{пр} = \frac{J_{п.пр}}{J_{п.эт}}$$

и по предварительно установленной зависимости $i = f(S)$ находят величину $i_{пр}$ (рис. 5).

Пример расчета всех величин приведен в таблице 5.

Построение графика

Зависимость $i = f(S)$ (см. рис. 5) можно определить как экспериментально, так и расчетным путем[2].

Для определения зависимости $i = f(S)$ экспериментальным путем приготовляют 10 проб с одинаковым содержанием ZrO_2 (5%) и различным составом наполнителей. Состав проб указан в таблице 4.

Таблица 4

Состав проб для построения графика

№ №	Содержание двуокиси циркония, %	Состав наполнителя
I	5	SiO_2
2	5	$CaCO_3$
3	5	Al_2O_3
4	5	5ч. SiO_2 + Iч. $CaCO_3$
5	5	5ч. SiO_2 + Iч. Al_2O_3
6	5	Iч. Fe_2O_3 + 5ч. $CaCO_3$
7	5	Iч. TiO_2 + 2ч. SiO_2
8	5	Iч. SiO_2 + Iч. TiO_2 + Iч. Al_2O_3
9	5	Iч. SiO_2 + Iч. MgO + Iч. $CaCO_3$
I0	5	Iч. SiO_2 + Iч. Fe_2O_3 + Iч. TiO_2 + Iч. $CaCO_3$

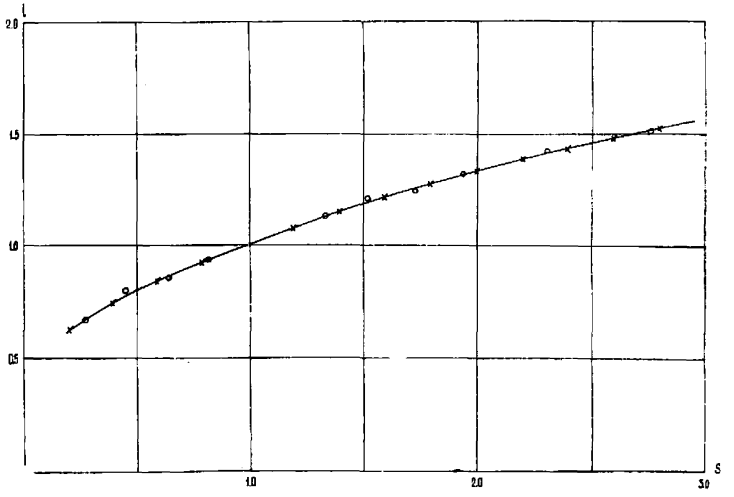

Рис. 5. График зависимости $i = f(S)$
О – экспериментальные точки
Х – рассчитанные точки
при $m \cdot \tilde{\mu}_{эт} = 2{,}087$

№ 96-90

Таблица 5

Форма записи измерений

№№ п п	№№ проб	С подложкой: Скорость счета имп. с фильтрами (тыс.имп.(мин) $N'_{пфпр}$	$K''_{пфпр}$	Разности скоростей счета (тыс.имп.мин.) $K'_{пфпр} - K''_{пфпр}$	$\Delta_{пфпр}$	Без подложки: Скорость счета импульсов с фильтрами (тыс.имп./мин) $K'_{пр}$	$K''_{пр}$	Разности скоростей счета (тыс.имп./мин) $K'_{пр} - K''_{пр}$	$\Delta_{пр}$	$J_{п.пр} = \Delta_{пфпр} - \Delta_{пр}$	$J_{пр} = \Delta_{пр} - \Delta_{о}$	$S_{пр} = \frac{J_{п.пр}}{J_{п.эт}}$	$i_{пр}$	$\varepsilon_{пр} = \frac{J_{пр} C_{эт}}{J_{эт} \cdot i_{пр}}$ %
I.	Нулевая проба					58,37 58,42	55,80 55,79	2,57 2,63	2,60					
2.	Эталон № 3 4,87%	I48,39 I49,I5	I0I,98 I02,69	46,4I 46,46	46,44	92,24 92,06	65,57 65,27	26,67 26,79	26,73	I9,7I	24,I3	I	I	
3.	Проба № 22I	I44,I9 I48,75	I00,65 I00,I4	43,54 43,6I	43,57	92,67 92,93	65,79 65,24	26,[illegible] 27,72	27,30	I6,27	24,70	0,85	0,94	5,3

Измерив эти пробы с выбранным эталоном, для каждой из них определяют $S_{пр}$ и $i_{пр}$

$$i_{пр} = \frac{J_{пр} \cdot C_{эт}}{J_{эт} \cdot C_{пр}}$$

По найденным значениям $J_{пр}$ и $S_{пр}$ строят график $i = f(S)$.

Определение зависимости $i = f(S)$ расчетным путем приведено в методических указаниях по проведению флуоресцентного рентгенорадиометрического анализа[2].

РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИРКОНИЯ В "ТОНКИХ" СЛОЯХ[x/]

Метод рентгенорадиометрического определения циркония в "тонких" слоях разработан Б.А.Левшиным и М.Г.Осиповой в 1967 г.

Реактивы и материалы

1. Ацетон

2. Канифоль, раствор в ацетоне. Консистенция раствора должна быть такой, чтобы фильтровальная бумага, смоченная им, не коробилась.

3. Фильтровальная бумага.

4. Эталоны и "пустая" (нулевая) проба. Приготовляют так же, как и определяемые пробы (см. раздел "ход анализа").

В качестве эталона используют искусственную пробу, приготовленную на основе "пустой" породы, близкой по вещественному составу к анализируемой, либо пробу, содержание циркония в которой установлено многократными химическими определениями. При анализе проб, содержащих до 5% циркония, применяют эталон с 1-5% циркония; при определении более высо-

---

x/ Внесена в НСАМ комплексной радиометрической партией Туркменской геологической экспедиции УГ СМ ТССР, 1968 г.

ких содержаний - эталон с большим содержанием циркония.

В качестве "пустой" пробы применяют либо ту же основу, которая использовалась для приготовления эталона, либо пробу, не содержащую циркония и близкую по составу к исследуемым пробам. Использование в качестве "пустой" пробы тонкорастертого кварцевого песка не вызывает существенных погрешностей в определении циркония.

Аппаратура и оборудование

1. Рентгенорадиометрический анализатор "Минерал-2" или "Минерал-3", выпускаемый заводом "Геологоразведка", Ленинград.

2. Источник излучения; радиоактивный изотоп тулий - 170, активностью 0,02-0,2 г экв. радия.

3. Торзионные весы на 200 мг.

Ход анализа

I. Подготовка проб к анализу

Навеску 28-32 мг пробы, растертой до - 200 меш, берут на торзионных весах с точностью до 0,1 - 0,2 мг.

Из фильтровальной бумаги просечкой нарезают 20-30 кружков диаметром 54 мм и укладывают их на дно стакана, входящего в комплект прибора. В стакан ввинчивают вкладыш, через отверстие которого всыпают в стакан пробу и наливают 3-4 мл ацетона[x/]. Стакан закрывают чистой калькой и резиновой крышкой, несколько раз сильно встряхивают и ставят на ровную горизонтальную площадку. После того, как ацетон профильтруется через бумагу, пробу вынимают из стакана, смачивают ее 5-6 каплями раствора канифоли, высушивают в течение 1-2 минут на воздухе и вставляют в оправу.

II. Подготовка прибора к работе

Прибор проверяют и настраивают так же, как и при определении циркония в промежуточных слоях (см. выше).

---

x/ Ацетон является токсическим веществом, поэтому все работы с ним выполняют под тягой.

III. Определение содержания циркония

1. Оправу с пробой вставляют в одно из гнезд прободержателя.

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

3. Измеряют скорость счета от пробы (имп/мин) со стронциевым ($N'_{пр}$) и рубидиевым ($N''_{пр}$) фильтрами.

4. Повторно измеряют скорости счета с обоими фильтрами в обратном порядке ($N''_{пр}$; $N'_{пр}$).

Измерения каждой серии проб начинают и заканчивают измерением эталонной и пустой (нулевой) проб. При стабильно работающей аппаратуре эталонную и пустую пробы измеряют 2-3 раза в день.

Результаты измерений записывают в журнал. Форма записи показана в табл. 6.

IУ. Вычисление результатов анализа

Содержание ZrO_2 в пробе ($C_{пр}$) вычисляют по формуле

$$C_{пр} = K \frac{J_{пр}}{m_{пр}} \quad (1),$$

где $$K = \frac{C_{эт} \cdot m_{эт}}{J_{эт}} \quad ; \quad (2)$$

$m_{пр}$ и $m_{эт}$ - вес исследуемой и эталонной проб, мг;

$J_{пр}$ и $J_{эт}$ - величины, пропорциональные интенсивности аналитической линии излучения от исследуемой и эталонной проб.

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

1. По результатам измерений пустой (нулевой) пробы определяют среднюю величину разбаланса фильтров Δ_o

$$\Delta_o = (N'_o - N''_o)_{ср}.$$

2. По результатам измерений эталонной и исследуемой проб определяют среднюю величину разности скоростей счета с одним и с другим фильтрами

$$\Delta_{пр} = (N'_{пр} - N''_{пр})_{ср}$$

$$\Delta_{эт} = (N'_{эт} - N''_{эт})_{ср}$$

Таблица 6

Форма записи и пример расчета результатов анализа

№ проб	Вес мг	Скорость счета с фильтрами (тыс.мин) N'	N''	$N' - N''$	Δ	$J = \Delta - \Delta_o$	K	C % ZrO_2
Нулевая проба	30,3	53,55	51,21	2,34				0,0
		53,60	51,46	2,14	2,24			
эталон	31,4	58,99	51,26	7,73				
		58,60	51,45	7,15	7,44	5,20	6,04	1,0
3408	30,3	61,51	55,87	5,64				
		61,64	56,18	5,46	5,55	3,31		0,66

$\Delta_o = 2,24$
$\Delta_{эт} = 7,44$
$\Delta_{пр} = 5,55$

$J_{эт} = \Delta_{эт} - \Delta_o = 5,20$
$J_{пр} = \Delta_{пр} - \Delta_o = 3,31$

$$K = \frac{C_{эт} \cdot m_{эт}}{J_{эт}} = \frac{1 \cdot 31,4}{5,20} = 6,04$$

$$C_{пр} = K \frac{J_{пр}}{m_{пр}} = 6,04 \frac{3,31}{30,3} = 0,66$$

3. Определяют значения $J_{пр}$ и $J_{эт}$

$$J_{пр} = \Delta_{пр} - \Delta_{о}$$
$$J_{эт} = \Delta_{эт} - \Delta_{о}$$

4. По известным значениям $C_{эт}, m_{эт}, J_{эт}$ рассчитывают по формуле (2) коэффициент К, а затем по формуле (I) определяют содержание ZrO_2 в исследуемой пробе.

Пример расчета дан в табл. 6.

Литература

I. Инструкция по внутрилабораторному контролю точности (воспроизводимости) результатов количественных анализов рядовых проб полезных ископаемых, выполняемых в лабораториях МГ СССР. НСАМ, 1968 г.

2. Методические указания по проведению флуоресцентного рентгенорадиометрического анализа. Методические указания НСАМ № 3, 1968 г.

3. Техническое описание и инструкция по эксплуатации рентгено-радиометрического анализатора "Минерал-2", 1965 г. или "Минерал-3", 1967 г.

4. Якубович А.Л., Зайцев Е.И., Пржиялговский С.М. Ядерно-физические методы анализа минерального сырья. Атомиздат, 1969 г.

Сдано в печать 25.8.69. Подп.к.печ. I3.XI.69 г.
Л72335 Заказ 83. Тираж 400 экз.

Ротапринт ОЭП ВИМСа

КЛАССИФИКАЦИЯ

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
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