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

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 95-ЯФ

СТРОНЦИЙ

МОСКВА
1969

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 I ноября 1954 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 № 95-ЯФ

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТРОНЦИЯ В ГОРНЫХ ПОРОДАХ И МИНЕРАЛАХ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья (ВИМС)

МОСКВА, 1969 г.

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 95-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 14 от 26.XII.68 г.)

Председатель НСАМ В.Г.Сочеванов

Председатель секции ядерно-физических методов А.Л.Якубович

Ученый секретарь Р.С.Фридман

Инструкция № 95-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 СТРОНЦИЯ В ГОРНЫХ ПОРОДАХ И МИНЕРАЛАХ[x/]

Сущность метода

Стронций определяют флуоресцентным рентгенорадиометрическим методом с помощью рентгенорадиометрического анализатора "Минерал-2" или "Минерал-3"[2-4]. В настоящей инструкции описана методика рентгенорадиометрического анализа, разработанная Б.А.Левшиным и Е.Г.Осиповой и заключающаяся в измерении интенсивности характеристического излучения стронция от пробы, приготовленной в виде "тонкого" слоя (поверхностная плотность 10 мг/см^2).

Флуоресцентный вариант метода позволяет определять стронций в порошковых пробах руд, горных пород, сухих остатков и минералов при содержании его от 0,1% и выше. Стронций определяют по K_α -линиям рентгеновского излучения, используя дифференциальные фильтры из соединений брома (NaBr) и рубидия (RbCl).

Определению стронция мешают иттрий, рубидий, ртуть, таллий, свинец и уран, в присутствии которых получаются завышенные результаты (см. табл. 1).

---

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

Таблица I

Количество стронция, эквивалентное I% мешающего элемента (стронциевый эквивалент)

Мешающий элемент, I%	Y	Rb	Hg	Tl	Pb	U
Эквивалентное содержание стронция, %	0,9-I,I	0,I-0,I5	0,2	0,0I	0,0I	0,2-0,4

Метод рекомендуется для определения стронция, 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, то методика может применяться, но из результата анализа следует вычесть поправку, которую находят, умножая содержание мешающего элемента, выраженное в процентах, на его стронциевый эквивалент.

Погрешности рентгенорадиометрического определения стронция укладываются в допустимые расхождения (см. табл.2).

Таблица 2

Допустимые расхождения[I]

Содержание SrO,%	Допустимые расхождения, отн.%
5-9,99	I0
2-4,99	I4
I-I,99	I6
0,5-0,99	26
0,2-0,499	4I
0,I-0,I99	48

Реактивы и материалы

1. Натрий бромистый х.ч. (3 г)
2. Рубидий хлористый х.ч. (3 г)
3. Стронций углекислый х.ч. (20 г)
4. Двуокись циркония х.ч. (3 г)
5. Ацетон (4 мл на каждую пробу)
6. Канифоль, раствор в ацетоне. Консистенция раствора должна быть такова, чтобы фильтровальная бумага, смоченная им, не коробилась (1 мл на 10 проб)
7. Фильтровальная бумага
8. Парафин х.ч. (100 г)
9. Эталоны и "пустая" (нулевая) проба. В качестве эталонов используют искусственные пробы, приготовленные на основе пустой породы, близкой по вещественному составу к анализируемой, либо из пробы такого же состава, содержание стронция в которых установлено многократными химическими определениями. При анализе проб, содержащих до 5% стронция, применяют эталон с 1–5% стронция; при определении более высоких содержаний – эталон с бо́льшим содержанием стронция.

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

Эталоны приготовляют следующим образом. Навески веществ, взятые с точностью до 1 мг, помещают в агатовую ступку, приливают этиловый спирт (на 1 весовую часть смеси 5 весовых

частей спирта) и перемешивают в течение 6-8 часов с небольшими интервалами (5-10 мин) через каждые два часа. Смесь высушивают и из разных мест ее отбирают четыре навески, достаточные для химического или спектрального анализа. Расхождение между результатами определения стронция в разных навесках не должно превышать 4% относительных. Среднее из четырех определений принимают за истинное содержание стронция в эталоне.

Аппаратура

1. Прибор "Минерал-2" или "Минерал-3", выпускаемый заводом "Геологоразведка".

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

3. Аналитические или торзионные весы на 200 мг.

Ход анализа

1. Подготовка проб к анализу

Навеску 30-34 мг пробы, растертой до -200 меш, берут на торзионных или аналитических весах с точностью до 0,1 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 резиновой крышкой, несколько раз сильно встряхивают и ставят на ровную горизонталь-

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

ную 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.

Таким же образом приготовляют эталонные и "пустую" (нулевую) пробы.

II. Подготовка прибора к работе

Прибор настраивают на K_α -линию стронция по прилагаемой к нему инструкции[3]. Чтобы обеспечить максимальную чувствительность прибора, следует установить такую ширину окна дискриминатора и такой коэффициент усиления, при которых отношение корня квадратного из скорости счета фона к полезному сигналу будет наименьшим.

Дифференциальные фильтры приготовляют из соединений брома (NaBr) и рубидия (RbCl) способом, рекомендованным в инструкции к прибору[3]. Для балансировки фильтров используют ZrO и NaBr , нанесенные на фильтровальную бумагу таким же способом, как и пробы. Величина разбаланса не должна превышать 0,2-0,5%.

III. Определение содержания стронция

I. 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) с фильтрами из рубидия (N') и брома (N''), делая по два измерения с каждым фильтром ($N'; N''; N''; N'$).

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 таблице 3.

Таолица 3

Форма записи и пример расчета результатов анализа

№ проб	Вес г	Скорость счета с фильтрами (тыс. в мин) N'(Rb)	N''(Sr)	N'-N''	Δ	J=Δ-Δ₀	K	C % Sr
Нулевая проба	32	47,63	45,80	I,83				
		47,72	45,83	I,89	I,86			
эталон	3I,4	70,72	56,4I	I4,3I				
		70,38	55,92	I4,46	I4,39	I2,53	6,03	2,4I
40829	3I,I	53,50	50,93	2,57				
		53,42	50,92	2,50	2,53	0,67		

$\Delta_0 = I,86$

$\Delta_{эт} = I4,39$

$\Delta_{пр} = 2,53$

$J_{эт} = \Delta_{эт} - \Delta_0 = I2,53$

$J_{пр} = \Delta_{пр} - \Delta_0 = 0,67$

$K = \frac{C_{эт} \cdot m_{эт}}{J_{эт}} = \frac{2,4I \cdot 3I,4}{I2,53} = 6,03$

$C_{пр.} = K \frac{J_{пр}}{m_{пр}} = \frac{6,03 \cdot 0,67}{3I,I} = 0,I3$

ФИ-96-№

IУ. Вычисление результатов анализа

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

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

где $K = \frac{C_{эт} \cdot m_{эт}}{J_{эт}}$; (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:

I/ По результатам измерений "пустой" 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 другим фильтрами

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

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

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

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

Пример расчета дан в табл. 3. При одинаковом весе исследуемой и эталонной проб расчет упрощается. При расчете берут средние значения коэффициента эталонирования и среднее значение фонового излучения для данного интервала времени.

Литература

I. Инструкция по внутрилабораторному контролю точности (воспроизводимости) результатов количественных анализов рядовых проб полезных ископаемых, выполняемых в лабораториях Министерства геологии СССР, I968 г.

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

3. Техническое описание и инструкция по эксплуатации рентгенорадиометрического анализатора РАП-8, 1965 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.1[illegible]. [illegible] г.
Л72[illegible]6 Заказ 82. Тираж 400 экз.

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
П.	Полный анализ	Полные анализы горных пород и минералов.	Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в пределах 99,5-100,5%	
Ш.	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 элемента в минеральном сырье.	Точность определения не нормируется	

gost.e-ecolog.ru