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

НСАМ

Научный совет по аналитическим методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 84-ЯФ

ЖЕЛЕЗО

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 ВИМСом.

При отсутствии ГОСТов и методов, утвержденных ВИМСом, разрешить временно применение методик, утвержденных в порядке, предусмотренном приказом от I ноября I954 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 С·С С Р

Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Ядерно-физические методы
Инструкция № 84-ЯФ

ФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В КВАРЦИТОВЫХ РУДАХ И ПРОДУКТАХ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)

МОСКВА, 1969 г.

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 84 -ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория / Протокол № 14 от 26 декабря 1968 г. /

Председатель НСАМ — В.Г. Сочеванов

Председатель секции ядерно - физических методов НСАМ — А.Л. Якубович

Ученый секретарь — Р.С. Фридман

Инструкция № 84-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 мая 1969 г.

ФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В КВАРЦИТОВЫХ РУДАХ И ПРОДУКТАХ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ x)

Сущность метода

Содержание железа общего в рудах и продуктах их переработки определяют рентгенорадиометрическим /р.р./ методом, в основе которого лежит зависимость интенсивности характеристического излучения определяемого элемента от его концентрации[2-4].

Характеристическое излучение железа /$Fe\,K_{\alpha}$ = 6,4 кэв / возбуждается по способу двухступенчатого возбуждения с использованием источника тулий - 170 / 0,05-0,5 г экв. Ra/ и промежуточной мишени из кадмия /$Cd\,K_{\alpha}$ = 23 кэв /. Характеристическое излучение железа регистрируют пропорциональным счетчиком.

Рентгенорадиометрическое определение железа выполняют по методике измерений в насыщенных слоях при величине поверхностной плотности пробы $> 0{,}5$ г/см^2. Содержание железа

---

x) Внесена в НСАМ физико - технической лабораторией ВИМСа, 1968 г.

определяют относительным методом-сравнением интенсивности излучения от исследуемой пробы с интенсивностью излучения от эталонной пробы с известным содержанием железа.

Результат р.р. анализа / C_ρ/ соответствует истинному содержанию железа в пробе, если наполнители анализируемой и эталонной проб имеют близкий вещественный состав. При различном вещественном составе исследуемой и эталонной проб содержание железа, найденное р.р. методом , отличается от истинного содержания железа в пробе . Чтобы учесть различие в составе исследуемой и эталонной проб, параллельно с рентгенорадиометрическим определением железа определяют железо по интенсивности обратно рассеянного бета-излучения при облучении пробы бета - источником стронций - 90 / БИС-I/. При различном составе наполнителей исследуемой и эталонной проб значения C_ρ и C_β не совпадают. Так как характер зависимости результатов анализа от состава наполнителя по р.р. и β -каналам противоположен, то истинное содержание железа в пробе находится где -то в интервале между значениями C_ρ и C_β .

Установлено, что при небольших расхождениях между Ср и C_β / в пределах до 3-5% Fe / при анализе руд и продуктов их переработки истинное содержание близко к средне- арифметическому : $C = \frac{1}{2} / C_\rho + C_\beta /$.

Если расхождения между C_ρ и C_β больше 5% Fe ,то это указывает на значительное различие в составах наполнителей исследуемой и эталонной проб, и для точного определения содержания железа требуются другие способы учета вещественного состава [3].

Определять содержание железа вышеописанным способом можно в том случае, если исследуемые пробы не содержат в значительных количествах элементов с близкими к железу атомными номерами / $22 < Z < 30$ /. При наличии в пробах таких элементов как хром, марганец, кобальт, никель, медь, цинк возможны завышения результатов анализа.

Таблица I

Количество железа, эквивалентное I% мешающего элемента

Мешающий элемент I%	Cr	Mn	Co	Ni	Cu	Zn
Эквивалентное содержание Fe ,%	0,4	0,7	I,I	0,8	0,5	0,3

Данный метод рекомендуется для определения общего железа при содержании его $>$ 5% в пробах, характеризующихся небольшими вариациями вещественного состава.

Метод был опробован при анализе кварцитовых руд и продуктов их переработки. Результаты р.р. определения железа при содержании его от 5% и выше укладываются в допустимые расхождения /табл.2 /.

Таблица 2

Допустимые расхождения I

Содержание железа, абс % Fe_2O_3	абс.% Fe	Допустимые расхождения, отн. %
60-69,99	42-48,99	2,0
50-59,99	35-4I,99	2,3
40-49,99	28-34,99	2,6
30-39,99	2I-27,99	3,0
20-29,99	I4-20,99	3,9
I0-I9,99	7,0-I3,99	5,3
5- 9,99	3,5- 6,99	I0

Рабочие эталоны

Если содержание железа в партии исследуемых проб изменяется в интервале ± 5% Fe , то приготавливают две эталонные пробы с содержаниями железа, близкими к наименьшему и наибольшему содержанию железа в исследуемых пробах. Если содержание железа колеблется в более широких интервалах, то для каждого интервала в 10% приготавливают свою пару эталонных проб. Для приготовления эталонной пробы из числа проб данного продукта, по которым имеются результаты химического анализа, выбирают 10-15 проб с содержаниями железа, близкими к содержанию железа, которое должна иметь эталонная проба. От каждой выбранной пробы берут одинаковое количество материала / 0,5 - 1 г / и тщательно его перемешивают. Такая усредненная проба принимается за эталон. Содержание железа в эталонной пробе рассчитывается как среднее арифметическое из содержаний железа по всем пробам, взятым для приготовления эталона.

Аппаратура

Рентгенорадиометрическая установка типа "Феррит", позволяющая одновременно определять интенсивность характеристического излучения железа исследуемой пробы и интенсивность обратно рассеянного бета - излучения.

Ход анализа

1. Подготовка проб к анализу

Пробу, измельченную до крупности 100-200 меш, насыпают в установленную на подставку пластмассовую или дюралевую тарелочку / кассету / несколько выше краев /5-7 г /, а затем уплотняют и разглаживают поверхность ее чистой гладкой стеклянной пластинкой. Приготовленная таким образом проба должна иметь гладкую поверхность и не выступать над бортами тарелочки. Уплотнять и разглаживать пробы следует с одинаковым

усилием, чтобы насыпная плотность была приблизительно постоянной.

2. Подготовка аппаратуры.

Положение дискриминатора, при котором наблюдается максимум интенсивности характеристического излучения железа, и оптимальную ширину окна амплитудного анализатора определяют в соответствии с указаниями инструкции к прибору "Феррит ".

Расстояния между источником и мишенью, а также между пробой и детектором выбирают такие, чтобы обеспечить необходимую статистическую точность измерений при данной экспозиции наблюдения /25 ,50 или 100 сек./ Статистическую среднеквадратическую ошибку рассчитывают из выражения

$$\sigma = \frac{C\sqrt{N_{пр.}}}{N_{пр.} - N_0}$$

где С-содержание железа в пробе; $N_{пр.}$ и N_0 - число зарегистрированных импульсов от исследуемой пробы и пробы, не содержащей железа.

3. Определение содержания железа.

Для устранения возможных грубых ошибок оператора все анализируемые и эталонные пробы рекомендуется измерять дважды. За истинное значение принимается среднее арифметическое. При этом возможны как однократные измерения двух порций одной и той же пробы , так и двукратные измерения одной порции пробы.

При проведении анализа с двумя порциями пробы иссследуемый материал насыпают в две тарелочки, одну из которых устанавливают в зону облучения рентгеновским излучением мишени, а вторую - в зону облучения бета - источником. После измерения скоростей счета с выбранной экспозицией наблюдений / 50 или 100 сек./ по р.р. каналу N_1 и по бета - каналу n_1 и записи в журнале тарелочки с пробой меняют местами и повторно измеряют скорости счета по обоим каналам N_2 и n_2.

Если количество исследуемого материала недостаточно для заполнения двух тарелочек, то измеряют скорость счета с одной тарелочкой. Под излучение мишени и бета - источника

устанавливают тарелочки с различными пробами. После двукратных измерений скоростей счета от каждой пробы тарелочки меняют местами.

Таблица 3

Форма записи

№№ пп	№№ проб	р.р. канал				бета-канал				$\frac{C_p + C_\beta}{2}$, % Fe
		N_1	N_2	$N_{ср}$	C_p % Fe	n_1	n_2	$n_{ср}$	C_β % Fe	
I.	Эталон № I	4801	4841	4821		9302	9346	9324		26,5
2.	Эталон № 2	3438	3422	3430		8417	8460	8438		I8,8
3.	Проба I	4702	4630	4666	25,4	8820	8856	8838	22,3	23,8
4.	Проба 2	3600	3620	3610	I9,8	8491	8531	8511	I9,4	I9,6
5.	Проба 3	3677	3637	3657	20,0	8701	8638	8670	20,8	20,4

Построение эталонировочного графика

Для построения эталонировочного графика р.р. канала по оси абсцисс откладывают содержание железа в первой и во второй эталонных пробах, по оси ординат - средние значения скоростей счета от эталонных проб, полученных в начале и в конце измерения соответствующей группы проб. Полученные две точки соединяют прямой.

Аналогичным образом строят эталонировочный график бета-канала.

Вычисление результатов анализа

По результатам измерений скоростей счета от эталонных и анализируемых проб вычисляют средние значения скоростей счета по каждому из каналов. Содержание железа в пробе по данным р.р. канала C_p и бета - канала C_β определяют по эталонировочным графикам.

Определив по эталонировочным графикам содержание желе - за по обоим каналам $C_р$ и $C_ф$, вычисляют их среднее арифметическое значение $\frac{1}{2}$ /$C_р + C_ф$ /, которое принимают за истин - ное содержание железа в пробе.

Техника безопасности

При выполнении анализа необходимо соблюдать правила техники безопасности, предусмотренные при работе с радиоактивными источниками. Подробно эти вопросы изложены в инструкции по работе с прибором "Феррит " [2].

Литература

I. Инструкция по внутрилабораторному контролю точности /воспроизводимости/ результатов количественных анализов рядовых проб полезных ископаемых, выполняемых в лабораториях Министерства Геологии СССР. Москва, ВИМС, 1968 г.

2. Инструкция по работе с прибором "Феррит". ВИМС, 1967 г.

3. Методические указания по проведению рентгенорадиометрического анализа. ВИМС, НСАМ, 1968 г.

4. Якубович А.Л. Ускоренный анализ минерального сырья с применением сцинтилляционной аппаратуры. Госатомиздат, 1963 г.

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