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



Научный совет по аналитическим методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 72-ЯФ

БЕРИЛЛИЙ

МОСКВА
1968

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, § 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 № 72-ЯФ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕРИЛЛИЯ В ГОРНЫХ ПОРОДАХ И БЕРИЛЛИЕВЫХ РУДАХ ФОТОНЕЙТРОННЫМ МЕТОДОМ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)

МОСКВА, 1968 г.

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 72-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 8 от 13 июня 1966 г.)

Председатель НСАМ	В.Г. Сочеванов
Председатель секции ядерно-физических методов	А.Л. Якубович
Ученый секретарь	Р.С. Фридман

Инструкция № 72-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным Советом по аналитическим методам (протокол № 8 от 13 июня 1966 г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 января 1968 г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕРИЛЛИЯ В ГОРНЫХ ПОРОДАХ И БЕРИЛЛИЕВЫХ РУДАХ ФОТОНЕЙТРОННЫМ МЕТОДОМ x)

Сущность метода

При облучении исследуемой пробы, содержащей бериллий, гамма-квантами с энергией выше 1,7 мэв возникает ядерная реакция $Be^9 + \gamma \rightarrow Be^8 + n$, в результате которой освобождаются нейтроны. Фотонейтронный метод определения бериллия основан на измерении потока этих нейтронов. Энергетический порог реакции равен 1,67 мэв, в то время как для других элементов, кроме дейтерия, он колеблется от 5 до 21 мэв. Для дейтерия энергетический порог реакции (γ, n) равен 2,23 мэв. При облучении исследуемой пробы гамма-квантами с энергией от 1,7 до 2,2 мэв нейтроны возникают лишь при наличии в пробе бериллия. Осуществление реакции Be^9 (γ, n) Be^8 не требует источников гамма-квантов с высокой энергией (что и упрощает применение ее в лабораторных условиях) и, кроме того, обеспечивает высокую избирательность фотонейтронной реакции на бериллий (для этого достаточно подобрать источник гамма-квантов, энергия которого лежит в диапазоне 1,7-2,2 мэв). Удобным гамма-источником при определении бериллия является изотоп сурьма-124 (период полураспада 60 дней),

x) Внесена в НСАМ ЦЛ Управления геологии Киргизской ССР, 1967г.

в спектре которой 50% гамма-квантов обладают энергией в пределах 1,7-2,2 мэв, а энергия остальных гамма-квантов ниже. Интенсивность нейтронного излучения пропорциональна содержанию бериллия.

Существуют различные способы регистрации нейтронов, применительно к которым создана различная аппаратура. Наибольшая эффективность регистрации нейтронов получена при использовании сцинтилляционного способа регистрации, который и был положен в основу конструкции прибора "Берилл-2" (РАП-4)[4].

Быстрые нейтроны, образующиеся в результате фотоядерной реакции, проходя через парафин, замедляются и попадают на детектор. Детектор медленных нейтронов состоит из запрессованных в полистироловый наполнитель зерен светосостава типа Т-1 (сплав борного ангидрида и сернистого цинка, активированного серебром). Замедленные нейтроны, попадая в зерна светосостава, захватываются ядрами бора. Захват сопровождается испусканием альфа-частицы $B^{10} + n \rightarrow Li^{7} + \alpha$. В результате бомбардировки альфа-частицами молекул сернистого цинка возникают сцинтилляции (световые вспышки), которые регистрируются фотоумножителем.

Определению бериллия мешают элементы с высоким сечением захвата нейтронов (бор, литий, кадмий, гадолиний и т.п.), которые поглощают часть нейтронов до их попадания на детектор.

Благодаря большой проникающей способности гамма-лучей, при фотонейтронном анализе могут быть использованы большие навески пробы, что обеспечивает высокую чувствительность

метода. Так, например, при навеске 200 г порог чувствительности (3 σ) при мощности источника Sb^{124} 50 мг/экв.радия и десятиминутном измерении пробы составляет 0,002% BeO; при мощности источника Sb^{124} 20 мг/экв.радия и десятиминутном измерении – 0,004% BeO.

Содержание бериллия в порошковых пробах определяют относительным методом, путем сравнения скоростей счета нейтронов от исследуемой и эталонной проб, и вычисляют по следующей формуле:

$$C = C_{эт} \frac{(N_{пр} - N_ф)\, m_{эт}}{(N_{эт} - N_ф)\, m_{пр}} \cdot q = K \frac{N_{пр} - N_ф}{m_{пр}} \cdot q \quad (I)$$

где: C – содержание бериллия в анализируемой пробе, %.

$C_{эт}$ – содержание бериллия в эталонной пробе, %.

$m_{пр}$ – вес анализируемой пробы, г.

$m_{эт}$ – вес эталонной пробы, г.

$N_{пр}$ – скорость счета импульсов от анализируемой пробы, имп/мин.

$N_{эт}$ – скорость счета импульсов от эталонной пробы, имп/мин.

$N_ф$ – скорость счета импульсов фона, имп/мин.

q – коэффициент для учета влияния элементов с большим сечением захвата нейтронов.

K – коэффициент, определяемый по формуле.

$$K = \frac{C_{эт}\ m_{эт}}{N_{эт} - N_ф} \quad (2)$$

Так как выход нейтронов пропорционален содержанию бериллия, то можно обойтись одним эталоном с вещественным составом ,близким к составу анализируемых проб.

При анализе руд, в которых отсутствуют значительные содержания мешающих элементов, коэффициент q принимается равным единице. Если же анализируемые пробы содержат значительные количества элементов с большим сечением захвата нейтронов, то должен быть определен коэффициент q (напр., по методу внутреннего стандарта [2,3]), либо вмещающие породы анализируемых проб и эталонных образцов должны быть близки по составу, и тогда q также можно принять равным единице.

Величина погрешности, вносимая элементами с высоким сечением поглощения нейтронов, не превышает 10-15% относительных, если в пробе содержится до 2,5% борного ангидрида или до 5% лития или до 0,25% окиси гадолиния или до 0,5% кадмия.

Методика рекомендуется для определения бериллия в бериллиевых рудах и горных породах при содержании BeO от 0,001 до 5% из навесок от 10 до 200 г.

Погрешность определения при содержании BeO от 0,005 до 5% укладывается в принятые нормы допустимых расхождений (см. табл. 1). Для содержаний от 0,001 до 0,005% расхождение между параллельными определениями не превышает 60% от средней величины содержания BeO.

Таблица I

Допустимые расхождения[1]

Содержание BeO, %	Допустимые расхождения, отн.%
1 - 15	8 - 3
0,1 - 1	15 - 8
0,01 - 0,1	40 - 15
0,005 - 0,01	60 - 40

Аппаратура и материалы

1. Прибор "Берилл-2" (РАП-6)[x] в комплекте.
2. Радиоизотопный источник Sb^{124} активностью 50 мг/экв радия[xx].
3. Лабораторные технические весы с максимальной нагрузкой 500 г.
4. Эталонные образцы.

Ход анализа

А. Подготовка прибора, проб и эталона к работе

Прибор подготавливают к измерениям в соответствии с инструкцией к прибору [4]. В комплекте прибора имеются большие и малые стаканы для проб. При больших навесках пользуются большими стаканами (стакан должен быть заполнен пробой до краев). Эталон и пробы насыпают в стаканы одинакового размера. Эталонным образцом может служить проба, типичная по составу для данного объекта, содержание бериллия в которой определено с достаточной точностью. Содержание бериллия в эталоне должно быть таким, чтобы за сравнительно короткое время (3–5 минут) получить 8–20 тыс. импульсов (что соответствует 2–5% BeO). Эталонный образец загружают в стакан, закрывают стакан крышкой и взвешивают на технических весах с точностью ± 0,5 г. Следует периодически (один раз в месяц) тщательно перемешивать навеску эталона.

---

x) Прибор питается от аккумуляторной батареи напряжением 12 вольт (использование сети переменного тока нежелательно, так как возможны ложные импульсы).

xx) Источники заказываются через конторы "Изотоп"

Б. Определение содержания бериллия

Через 25-30 минут после включения прибора определяют фон, для чего в течение 10 минут измеряют скорость счета импульсов от пустой пробы. Затем предварительно взвешенный стакан заполняют до краев эталонной пробой, взвешивают и помещают в датчик прибора для облучения гамма-лучами от источника Sb^{124}. Продолжительность измерения эталона - 3-5 минут (должно быть получено не менее 10 000 импульсов). Чистый стакан, также предварительно взвешенный, заполняют до краев пробой, измельченной до 60-100 меш, закрывают крышкой, взвешивают на технических весах x) и помещают в датчик прибора вместо стакана с эталоном. Продолжительность измерения пробы - 5-10 минут, а зависимости от скорости счета (содержания бериллия в пробе) и требуемой точности определения. Записывают количество зарегистрированных импульсов и рассчитывают скорость счета (количество импульсов в минуту) за вычетом фона. Для увеличения точности определения содержания бериллия в пробах после измерения фона и эталона измеряют десять проб, а затем снова фон и эталон; опять десять проб и т.д. Определяют средние значения фона и скорости счета для эталона и для каждой из десяти проб. Средние значения фона и скорости счета для эталона используют при расчетах содержания бериллия в каждой из десяти проб по формуле (I). Результаты измерений и расчетов записывают в таблицу (табл. 2).

x) Вес эталона и пробы определяют по разности между весом стакана с пробой или с эталоном и весом пустого стакана.

Таблица 2

Результаты измерений и расчетов

№№ п/п	№№ пробы	Вес пробы, г	Продолжительн. измерения, мин	Колич. зарегистрированных импульсов	Скорость счета	Скорость счета за вычетом знач. фона	Содержание BeO, %
I	Фон		I0	94	9,4		
2	Эталон		2	2I754	I0877		
3	40672	200	5	223	44,6	34,5	0,0I5
.							
.							
.							
I2							
I3	Фон		I0	I09	I0,9		
I4	Эталон		2	22865	II432,5		

$N_{ф}$средн.=I0,I $N_{эт}$средн. - $N_{ф}$средн.=III44,6

$N_{эт}$средн.= III54,7 K = 0,0855

Техника безопасности

В приборе „Берилл - 2" используется источник гамма излучения Sb^{I24} активностью 20-50 мкюри. Нейтронное излучение не представляет существенной опасности для работающих ввиду его малой интенсивности. Главную опасность может создавать гамма-излучение, и на соблюдение правил работы с гамма-источниками должно быть обращено большое внимание.

Конструкция прибора обеспечивает достаточную защиту оператора от гамма-излучения источника. Поэтому наибольшую осторожность следует проявлять при замене гамма-источника, которая происходит примерно один раз в квартал. При смене источника необходимо пользоваться специальными приспособлениями, входящими в комплект прибора, и действовать в строгом соответствии с инструкцией по перезарядке источников (имеется в комплекте прибора).

Все операции с анализируемыми и эталонными пробами (перемешивание, пересыпание и т.п.) должны выполняться в вытяжном шкафу.

Литература

I. Временная инструкция по внутрилабораторному контролю качества выполнения химических и количественных спектральных анализов полезных ископаемых в лабораториях системы МГ и ОН СССР, I960, и изменения и дополнения к ней, I962г.

2. Зайцев Е.И., Смирнов В.Н. Определение бериллия в пробах большого объема фотонейтронным методом , Заводск. лабор. № 2, I964.

3. Межиборская Х.Б. Фотонейтронный метод определения бериллия , М. Госатомиздат, I96I г.

4. "Универсальный фотонейтронный бериллометр "Берилл-2" (РАП-6), техническое описание по эксплуатации.

Технический редактор Л.Н.Хорошева
Корректор Н.А.Плотникова

Сдано в печать 30/I-68г.Подп. к печ. 29/II-68г.
Л53265 Заказ 11 Уч.изд.л.0,5 Тираж 320

Москва, Старомонетный пер.,29 . ОНП 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 элемента в минеральном сырье.	Точность определения не нормируется	

gost.e-ecolog.ru