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



Научный совет по аналитическим методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 67-ЯФ

ТАНТАЛ

МОСКВА
1968

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 СССР
Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Ядерно-физические методы
Инструкция № 67-ЯФ

НЕЙТРОННЫЙ АКТИВАЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТАНТАЛА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ И МИНЕРАЛАХ С ОТДЕЛЕНИЕМ МЕШАЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ КАТИОННЫМ ОБМЕНОМ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
/ВИМС/
Москва, 1968 г.

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 67-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - Ш категория - для содержаний тантала от 0,05 до 0,003% и для особо точного анализа геохимических проб - У категория - при более низких содержаниях тантала.

/Протокол № 9 от 29.XII.1966 г./.

Зам.председателя НСАМ В.Г.Хитров

Зам.председателя секции ядерно-физических методов В.И.Малышев

Ученый секретарь Р.С.Фридман

Технический редактор Л.Н.Хорошева
Корректоры: Л.Г.Шалина
Н.Т.Осипенко

Сдано в печать 12.УШ.67г. Подписано к печати 11/1-68 г.
Л53082 Заказ № 56 Уч.-изд.л.1,25 Тираж 320

Москва, Старомонетный пер.,29. ОЭП ВИМСа

Инструкция № 67-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от I8 мая 1964 г. Научным Советом по аналитическим методам /протокол № 4 от 9.XII.66 г./ и утверждена ВИМСом с введением в действие с 31 сентября 1967 г.

НЕЙТРОННЫЙ АКТИВАЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТАНТАЛА В ГОРНЫХ ПОРОДАХ И МИНЕРАЛАХ С ОТДЕЛЕНИЕМ МЕШАЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ КАТИОННЫМ ОБМЕНОМ[x/]

Сущность метода

Разработанный Ширяевой М.Б., Салминым Ю.П. и Сергеевой Т.В. активационный метод определения тантала в горных породах и минералах основан на образовании под действием тепловых нейтронов ядерного реактора радиоактивного изотопа тантала-I82 из стабильного тантала-I8I[3]. Гамма-спектрометрическое определение содержания тантала заключается в сравнении интенсивностей гамма-излучения эталона и пробы в области энергий от I,I2 до I,23 мэв[6].

Для отделения тантала от мешающих элементов пользуются методом катионного обмена[I].

Пробы и эталоны, упакованные в полиэтилен, облучают в потоке тепловых нейтронов $I,2.I0^{I3}$ нейтронов на квадратный см в сек. в течение 5 часов. Время "остывания" - не менее I4 суток.

Использование измерений гамма-излучения тантала-I82 с энергией от I,I2 до I,23 мэв позволяет применить упрощенную методику определения тантала и выделить тантал не радиохимически чистым.

---

x/ Внесена в НСАМ лабораторией ядерно-физических и изотопных методов анализа ВИМСа, 1967г.

Это значит, что вместе с танталом могут быть выделены и другие радиоактивные изотопы, излучение которых не мешает определению тантала.

Гамма-излучение измеряют на гамма-спектрометре с кристаллом NaJ(Tl) ϕ 40x50 мм в специальном фигурном стакане, в котором раствор, содержащий тантал, располагают кольцевым слоем вокруг кристалла.

Удельная интенсивность гамма-излучения при выбранных условиях облучения и измерения радиоактивности раствора в фигурном стакане составляет 7500-10000 имп/сек на 1 мг пятиокиси тантала.

Определению тантала при измерении гамма-излучения мешают /завышают результаты/ только те изотопы, энергия гамма-излучения которых близка к измеряемой или выше ее /больше 1 мэв/, а также те, период полураспада которых больше 40-50 часов, вследствие чего они не успевают распадаться за время остывания.

Для отделения от тантала мешающие элементы сорбируют на смоле КУ-2[1].

Пробы вскрывают сплавлением с перекисью натрия. При выщелачивании сплава кремневая кислота переходит в раствор и не мешает определению тантала.

Радиохимическое отделение тантала происходит в присутствии носителя /3-5 мг Ta_2O_5/, поэтому потери радиоактивного тантала-182 незначительны и одинаковы для пробы и эталона. Радиохимический выход равен 95% и в расчетах не учитывается.

Расчеты и опыт работ показывают, что при определении тантала в пробах горных пород в вышеуказанных условиях никакие элементы не мешают определению. Мешающее действие может оказать только сурьма при ее содержании выше 0,001%, но пробы с таким высоким

содержанием встречаются редко. Стандартная навеска пробы или эталона составляет 100 мг. Порог чувствительности метода с учетом содержания тантала в полиэтиленовой упаковке в вышеуказанных условиях равен 4.10^{-5}% Ta_2O_5. При содержании тантала до 0,05% Ta_2O_5 его можно определять из стандартных навесок без введения поправок. Порог чувствительности метода может быть снижен за счет уменьшения содержания тантала в упаковке проб, увеличения навески, продолжительности облучения и потока тепловых нейтронов, но возможность снижения ограничена "эффектом выгорания" тантала, т.е. образованием тантала-183 из тантала-182, и лежит в пределах 10^{-7}-10^{-8}%.

Погрешности определения при содержаниях пятиокиси тантала от 5.10^{-3} до 2.10^{-2}% укладываются в допустимые расхождения по У категории и от 5.10^{-3} до 1% - по Ш категории[4] /таблица 1/. При содержании от 5.10^{-5} до 5.10^{-3}% Ta_2O_5 расхождения между параллельными определениями не превышают 50%.

Таблица 1

Допустимые расхождения при анализе горных пород из навески 100 мг

Содержание пятиокиси тантала, %	Допустимые расхождения, отн. %	
	У категория[x]	Ш категория[4]
0,05 - 1,0		15 - 10
0,02 - 0,05		25 - 15
0,005 - 0,02	25 - 12	50 - 25

[x] Согласно Классификации лабораторных методов анализа минерального сырья по их назначению и достигаемой точности.

Метод был проверен на пробах гранитоидов, карбонатитов, бокситов и железистых руд.

Минералы следует анализировать индивидуально, учитывая количество как основных элементов, входящих в решетку, так и примесей. При измерении активности конечного раствора следует просматривать его гамма-спектр, чтобы обнаружить посторонние пики. Если имеются характерные пики сурьмы /0,610 и 1,69 мэв/, дополнительно осаждают тантал с фениларсоновой кислотой. При этом сурьма полностью переходит в фильтрат и отделяется от тантала. Если же в гамма-спектре имеются характерные пики скандия /0,89 и 1,12 мэв/, то растворы дополнительно очищают на катионите КУ-2.

Кроме сурьмы и скандия определению тантала в минералах могут мешать /завышать результаты/ еще шесть элементов /см.табл. 2/.

Из таблицы 2 видно, что малые количества тантала /0,0001 % Ta_2O_5/ можно определять в любых минералах, если содержание мешающих элементов не выше указанного в графе 3. Эти элементы не мешают определению тантала, если соотношение содержаний тантала и мешающего элемента меньше указанного в графе 2. Пробы минералов с большим содержанием европия, тербия, кобальта, иридия и серебра в практике работ не встречались. Если такой случай встретится, то придется соответствующим образом доработать методику.

Стандартная навеска минерала также составляет 100 мг, но экономически выгоднее определять тантал в мономинеральных фракциях из малых навесок /3-20 мг/. Величина навески зависит от абсолютного содержания тантала в минерале. Порог чувствительности метода равен 4.10^{-5} мг Ta_2O_5. При равномерном распределении тантала в минерале погрешности определения его из навески 100 мг укладываются в допуски, указанные для горных пород /табл. 1/.

Чтобы убедиться в том, что погрешность определения при анализе меньшей навески также укладывается в допустимые расхождения /см.табл. I/, следует содержание тантала, выраженное в процентах, пересчитать на абсолютное содержание его в навеске в мг.

Таблица 2

Расчетный уровень помех

Мешающий элемент	Предельно-допустимые соотношения концентрации мешающих элементов и тантала в минералах (тантал : мешающий элемент)	Предельно-допустимые концентрации мешающих элементов / %/ в минералах при определении $I.10^{-4}\%$ Ta_2O_5
Железо	I:200000	20,0
Сурьма	I:I0	0,00I
Сурьма[x/]	I:200	0,02
Скандий	I:I00	0,0I
Скандий[xx/]	I:I000	0,I
Европий	I:I000	0,I
Тербий	I:I00	0,0I
Кобальт	I:20	0,002
Иридий	I:20	0,002
Серебро	I:20	0,002

Помехи могут возникнуть при эффекте самоэкранирования, т.е. при уменьшении потока нейтронов во внутренних частях пробы за счет интенсивного поглощения их во внешних частях. При содержаниях выше I-5% элементов с большим сечением поглощения нейтронов /гадолиния, самария, лития, кадмия и бора/ навеска минерала не должна превышать 5 мг, иначе получатся заниженные результаты.

[x/] С дополнительным осаждением фениларсоновой кислотой.
[xx/] С дополнительным отделением скандия на катионите КУ-2.

В минералах, в которых содержание этих элементов выше 10–20%, тантал определять нельзя.

Определять тантал в тантало-ниобатах следует также из малых навесок /не выше 3 мг/. Если содержание тантала в минерале выше 1%, то радиохимическую обработку опускают. В этом случае диски с пробами минерала после 30-дневного остывания измеряют непосредственно на торце кристалла. Для снижения интегральной загрузки между пробой и кристаллом помещают свинцовые диски толщиной от 5 до 20 мм /в зависимости от загрузки/.

Метод был проверен как на породообразующих минералах /кварц, слюда, полевые шпаты/, так и на акцессорных и рудных минералах /турмалин, топаз, шеелит, вольфрамит, касситерит, магнетит/, а также на тантало-ниобатах, содержащих от 1,0 до 20% Ta_2O_5.

Реактивы и материалы

1. Кислота серная, d 1,84[x/].

2. Кислота соляная, d 1,19; разбавленная 1:3.

3. Кислота фтористоводородная, 40%-ная.

4. Кислота винная, х.ч. или ч.д.а.; 2%-ный раствор /2 г винной кислоты растворяют в 100 мл воды/.

5. Кислота лимонная, 10%-ный раствор /10 г лимонной кислоты растворяют в 100 мл воды и нейтрализуют до pH=6 крепким раствором едкого натра по бумажному универсальному индикатору/.

6. Кислота фениларсоновая, 3%-ный раствор /3 г фениларсоновой кислоты растворяют в 100 мл дистиллированной воды/.

---

x/ d – относительная плотность .

7. Аммиак, разбавленный I:2.

8. Натр едкий, концентрированный раствор.

9. Хлористый аммоний, 4%-ный раствор.

I0. Двуокись кремния, кристаллическая, сп.ч. /для приготовления эталонов/.

II. Перекись натрия.

I2. Пятиокись тантала, сп.ч. /для приготовления эталонов/ и х.ч. /в качестве носителя/.

I3. Ацетон.

I4. Спирт ректификат.

I5. Промывной раствор, 2%-ный по винной кислоте и 0,2 н. по соляной кислоте /20 г винной кислоты и I6,3 мл соляной кислоты d I,I9 растворяют в I л воды/; промывной раствор, 3%-ный по винной кислоте и 0,5 н. по соляной кислоте.

I6. Раствор - носитель тантала, содержащий 0,5 мг Ta_2O_5 в I мл раствора, I0%-ного по серной и I0%-ного по винной кислоте. Навеску 50 мг Ta_2O_5 растворяют в платиновой чашке в I0 мл фтористоводородной кислоты и I0 мл серной d I,84 кислоты и нагревают до выделения паров серной кислоты. Для удаления следов фтористоводородной кислоты стенки чашки смывают водой и раствор снова нагревают до выделения паров серной кислоты /повторяют дважды/. Остывший сернокислый раствор вливают в I0%-ный раствор винной кислоты, переносят водой в мерную колбу на I00 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

I7. Индикатор универсальный /бумажный/.

I8. Лак. I г киноленты /без эмульсии/ растворяют в I00 мл ацетона.

19. Пленка из полиэтилена высокого или среднего давления /марки ВД или СД/.

20. Смола КУ-2; 8% ДВБ, ВТУ М-661-55. Применение смолы с бо́льшим содержанием дивинилбензола /ДВБ/ не рекомендуется, т.к. на ней частично сорбируется тантал. Смолу просеивают через сита с величиной отверстий 0,5 и 0,25 мм, помещают в стакан, заливают водой и через 1-2 часа обрабатывают соляной кислотой, разбавленной 1:3, сначала в стакане декантацией, потом в колонках до полного удаления железа. Затем смолу отмывают водой от ионов хлора. В колонку помещают 14-15 г катионита.

21. Фильтры с зольностью "0,0000" /для упаковки проб/.

22. Эталоны тантала с содержанием 0,01% Ta_2O_5.

Приготовление эталонов. Эталоны приготовляют многократным последовательным разбавлением пятиокиси тантала двуокисью кремния. Пятиокись тантала разбавляют в 10 раз за 4 приема, чтобы содержание Ta_2O_5 в эталоне составляло приблизительно 0,01%. При каждом разбавлении эталон тщательно растирают с чистым спиртом-ректификатом, прибавляя его в три приема и растирая каждый раз до высыхания. При первичном перемешивании навеска должна быть не более 1 грамма, но при последующем перемешивании можно объединять навески до 5-10 г.

Навески взвешивают особенно тщательно и по точным данным вычисляют содержание тантала в эталоне.

Схема приготовления эталонов следующая:

1-е разбавление /до 10% Ta_2O_5 / - 100 мг Ta_2O_5 растирают с 900 мг SiO_2.

2-е разбавление /до 1% Ta_2O_5/ - 100 мг смеси, полученной при первом разбавлении, растирают с 900 мг SiO_2 .

3-е разбавление /до 0,1% Ta_2O_5/ - 100 мг смеси, полученной при втором разбавлении, растирают с 900 мг SiO_2 .

4-е разбавление /до 0,01% Ta_2O_5/ - 10 навесок по 100 мг смеси, полученной при третьем разбавлении, раздельно растирают с 10 навесками по 900 мг SiO_2 . Затем растертые навески попарно объединяют и растирают. 1 г полученного эталона идет на контрольный химический анализ, а оставшиеся 9 г употребляют как эталон. Из этого количества можно приготовить почти 90 навесок эталона, что достаточно для четырех контейнеров.

Для приготовления новой партии эталонов используют смесь после второго разбавления. Для сравнения облучают в контейнере вместе с новыми эталонами несколько старых /2-3 эталона/.

Содержание тантала и других примесей в двуокиси кремния контролируют активационным и спектральным методами. Истинное содержание пятиокиси тантала в приготовленном эталоне равняется сумме рассчитанного содержания и содержания пятиокиси тантала в двуокиси кремния. Так как последняя величина незначительна по сравнению с содержанием пятиокиси тантала в эталоне, ею можно пренебречь.

22. Эталон кобальта, содержащий 0,01% $CoSO_4$ /приготовление аналогично приготовлению эталонов тантала/.

Аппаратура и оборудование

1. Одноканальный или многоканальный гамма-спектрометр с сцинтилляционным датчиком УСД-1 /кристалл NaJ(Tl) ⌀ 40х50 мм/[2,5,10,12]

2. Свинцовые контейнеры /для перевозки облученных проб/ - КЛ-7,0 или КЛ-8,8.

3. Торзионные весы марки ВТ-200 и ВТ-20[7].

4. Свинцовый сейф /для хранения реперных источников и проб/

типа ТСЗ, ССП или СЗ.

5. Бокс /для разборки проб/ - 6К-НД, 6К-СТ или другие.

6. Секундомер.

7. Инструмент дистанционный типа ИД.

8. Дозиметр РК-I.

9. Фигурные стаканы из полистирола из комплекта к датчику УСД-I /для измерения радиоактивности растворов/.

I0. Платиновая чашка - I шт.

II. Фарфоровые тигли № 4 /низкие/.

I2. Электронагревательный штамп с зажимным устройством и трансформатором ЛАТР на 9 ампер /см.приложение I/.

I3. Контейнеры из алюминия марки АВ-000 /см.приложение 2/.

I4. Стеклянные колонки для ионообменной смолы длиной 35 см и диаметром I,5 см.

Ход анализа

А. Подготовка проб к облучению

В зависимости от предполагаемого содержания тантала в исследуемом материале берут следующие навески проб, растертых до I50-200 меш:

0,00004 - 0,0005%	Ta_2O_5	- 200-I00 мг
0,000I - 0,02%	-"-	- I00 мг
0,0I - I,0%	-"-	- I0-20 мг
0,5% и выше	-"-	- 3-5 мг

Вес эталона и содержание в нем пятиокиси тантала должны соответствовать весу и предполагаемому содержанию пятиокиси тантала в пробах: при предполагаемых содержаниях в исследуемом материале

от 0,00004 до 0,5% Ta_2O_5 берут 100 мг эталона, содержащего 0,01% Ta_2O_5; при содержании в исследуемом материале от 0,5% Ta_2O_5 и выше берут 3 мг эталона, содержащего 10% Ta_2O_5.

Пробу и эталон взвешивают на торзионных весах с точностью не ниже $1\%^7$ и запечатывают с помощью электронагревательного штампа в полиэтиленовую пленку /см.приложение I/. Предварительно пленку промывают с внутренней стороны спиртом-ректификатом. На резиновую подушку зажимного устройства помещают ленту из металлической фольги, на нее - ленту из полиэтилена. Обе ленты вместе прижимаются к подушке верхней крышкой зажимного устройства. В крышке имеется десять отверстий, в центры которых на полиэтиленовую ленту насыпают навески проб. Каждую отдельную навеску закрывают диском из полиэтилена, на который накладывают диск из фильтровальной бумаги малой зольности /0,0000/. Пробы запечатывают, нажимая разогретым штампом на бумажный диск. Номер и вес пробы надписывают простым карандашом на диске из фильтровальной бумаги, который приваривается к полиэтиленовому диску с пробой.

Б. Упаковка проб в контейнер

Пробы рассортировывают на группы по содержанию тантала, складывают в столбики по 12 дисков и скрепляют полиэтиленовой лентой. На дно контейнера кладут эталон тантала, а затем поочередно пачки проб и эталоны. В контейнер входит 100-150 проб, в том числе должно быть 11-13 эталонов.

Так как содержание тантала в пробах определяют относительным методом, а плотность потока тепловых нейтронов вдоль канала реактора может меняться, то эталоны должны быть размещены равномерно по всей длине контейнера.

График зависимости интенсивности излучения эталонов от их положения в контейнере при активации используется для определения интенсивности излучения эталона, соответствующего пробе. Если градиент потока тепловых нейтронов отсутствует /при облучении в потоке 10^{13} нейтр/см^{2}сек/, определяют среднее значение интенсивности излучения эталонов. Рекомендуется также помещать в контейнер пустые полиэтиленовые диски для определения содержания в них пятиокиси тантала /глухой опыт/.

Порядок, в котором укладываются пробы в контейнер, записывают в журнал.

Пробы покрывают алюминиевым диском, на него помещают 100 мг эталона кобальта[x/] и контейнер закрывают крышкой /завинчивают/.

В. Облучение проб в реакторе

Перед облучением составляют акт, в котором указывают условия облучения, вид проб, вес и средний химический состав, характер упаковки и ожидаемую суммарную активность без свинцовой защиты.

Пробы облучают в ядерном реакторе в потоке тепловых нейтронов $1{,}2.10^{13}$ нейтр/см^{2}сек в течение 5 часов. Постоянство общего облучения контейнера контролируют измерением интенсивности излучения эталона кобальта.

Время "остывания" проб после облучения должно быть не менее 14 суток для горных пород и не менее 30 суток для минералов /минералы анализируют после горных пород/.

Перевозить облученные пробы необходимо в свинцовом контейнере[8].

---

x/ Для контроля интегральной дозы нейтронов, прошедших через пробы.

Облученные пробы сдают в хранилище, где по истечении времени "остывания" их разбирают в боксе на партии[x]. В первую очередь вынимают из контейнера эталон кобальта и измеряют его на гамма-спектрометре, чтобы определить интегральный поток нейтронов при облучении. При выбранных условиях облучения интегральный счет от этого эталона составит приблизительно 2500 имп/сек, а в области измерения излучения тантала - 100-120 имп/сек. Если активность кобальтового эталона ниже указанной на 30-50%, контейнер не разбирают, а выясняют причину недостаточности облучения и отправляют на дополнительное облучение /кобальтовый эталон при повторном облучении должен быть тот же/.

Если облучение достаточно, то вынимают пинцетом все эталоны тантала /11-13 шт./, которые лежат отдельно между пачками, заклеивают их в кальку[xx] и отдают на предварительное измерение. Так же поступают с пробами, вынимая их из контейнера по одной пачке.

Г. Радиохимическая обработка проб

1. Разложение. Облученную пробу[xxx] после предварительного измерения помещают в никелевый тигель и озоляют в муфеле при постепенном нагревании до 500-700°С. К остывшей пробе прибавляют

---

[x] Техника безопасности при работе с радиоактивными веществами дана в специальных правилах[11] и в последней главе настоящей инструкции.

[xx] Конверты из кальки следует приготовить и надписать заранее. На конверте отмечают только порядковый номер пробы в контейнере и номер облучения.

[xxx] Облученные эталоны обрабатывают так же, как пробы. Сначала обрабатывают эталоны, а затем пробы.

5 мг /на конце шпателя/ пятиокиси тантала в качестве носителя, I г перекиси натрия, взвешенной на техно-аналитических весах, и, закрыв тигель крышкой, сплавляют в течение I0 минут при 600-700°С.

В заранее приготовленный стакан емкостью I00 мл с нанесенными метками на 50 и I00 мл вносят раствор I г винной кислоты в 3 мл воды и 3 мл соляной кислоты d I,I9.

Крышку тигля /после остывания/ смывают теплым 2%-ным раствором винной кислоты в приготовленный стакан. Тигель прикрывают часовым стеклом и осторожно в три приема вливают I5 мл теплого 2%-ного раствора винной кислоты. Через некоторое время после окончания бурной реакции содержимое тигля быстро при перемешивании выливают в тот же стакан и нагревают на плитке до полного растворения сплава. Неполное растворение сплава служит указанием на неполное разложение пробы[x/]. Для извлечения остатков сплава тигель сначала несколько раз обмывают теплым 2%-ным раствором винной кислоты /до 50 мл/, затем наливают в тигель I,5-2 мл соляной кислоты d I,I9, нагревают 2-3 минуты и выливают в тот же стакан. Тигель ополаскивают горячей водой, сливают в тот же стакан, доводят объем раствора в стакане до I00 мл и нагревают содержимое стакана до окончательного растворения сплава.

Полученный раствор является 2%-ным по винной кислоте и 0,2 н. по соляной кислоте. Остальное количество соляной кислоты расходуется на нейтрализацию I г перекиси натрия и растворение ~300 мг никеля, выщелоченного из тигля при сплавлении. Полноту отмывки тигля проверяют, определяя на гамма-спектрометре превышение интен-

---

x/ Следует различать неразложившуюся пробу и окалину никеля, которая в этих условиях не растворяется и оседает на дно стакана в виде твердого порошка темного цвета.

сивности его излучения над интенсивностью излучения фона.

Полученный раствор сейчас же пропускают через колонку со смолой КУ-2.

2. Фильтрование раствора через смолу КУ-2. Свежую смолу КУ-2 промывают 300 мл промывного раствора /регенерированную смолу не надо промывать, т.к. она уже приготовлена к работе/.

В верхнее расширение колонки вставляют воронку с фильтром и раствор из стакана фильтруют через смолу со скоростью I мл/мин. Затем смолу промывают I00 мл промывной жидкости со скоростью 3 мл/мин. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан на 250 мл, в который заранее внесено 3 г винной кислоты /во избежание гидролиза тантала при упаривании раствора/. Затем через колонку пропускают еще 50 мл промывного раствора, который собирают отдельно в стакан на 50 мл и контролируют на отсутствие в нем активного тантала. Фильтрат /200 мл/, в котором находится весь тантал, упаривают до объема 30 мл и количественно переносят с помощью горячего промывного раствора в измерительный полистироловый стакан[x/]. Объем раствора для измерения должен быть не более 45 мл, так как в интервале от 20 до 45 мл абсолютное значение интенсивности излучения тантала в растворе не зависит от объема.

Работа радиохимика должна быть организована так, чтобы за один рабочий день проба была разложена, переведена в раствор и пропущена через колонку. Это уменьшает сорбцию тантала и других радиоактивных изотопов на фильтре и стенках посуды и облегчает отмывание от них следов облученной пробы.

---

x/ Растворы, полученные после разложения эталонов, обрабатывают так же. Затем осаждают в них тантал фениларсоновой кислотой /см.п.3/, чтобы получить эталоны для тех проб, в которых окажется сурьма.

3. Отделение сурьмы фениларсоновой кислотой. Если в растворе обнаружена сурьма, то из него осаждают тантал фениларсоновой кислотой. Раствор упаривают до объема 50 мл и прибавляют 10 мл раствора носителя тантала и 25 мл соляной кислоты d 1,19. Кислотность раствора должна быть ~ 1,0 н. Раствор нагревают почти до кипения и осаждают из него тантал, прибавляя 50 мл свежеприготовленного 3%-ного раствора фениларсоновой кислоты. Для лучшей коагуляции осадка вводят небольшое количество фильтробумажной массы. На следующий день осадок отфильтровывают /фильтр с синей лентой/ и промывают 4%-ным раствором хлористого аммония с несколькими каплями соляной кислоты. Осадок вместе с фильтром озоляют в фарфоровом тигле и по охлаждении растирают стеклянной палочкой с 10 каплями ацетона. Палочку смывают ацетоном в тигель. Растертые пробы закрепляют 7-10 каплями лака. Затем определяют интенсивность излучения пробы в тигле и сравнивают ее с интенсивностью излучения эталона, обработанного фениларсоновой кислотой /см.примечание к п.2/.

4. Дополнительное отделение скандия на смоле КУ-2. Если в растворе обнаружен скандий, то к фильтрату прибавляют 4,5 мл соляной кислоты d 1,19 для повышения кислотности раствора до 0,4-0,5 н. Подкисленный фильтрат(200 мл)дополнительно пропускают через маленькую колонку с 3-5 г смолы КУ-2. Смолу промывают 100 мл раствора, 3%-ного по винной кислоте и 0,5 н. по соляной. Основной и промывной растворы собирают в один стакан и упаривают как указано выше. Интенсивность излучения раствора пробы измеряют в фигурном стакане, сравнивая с интенсивностью излучения эталона в фигурном стакане.

5. Регенерация смолы КУ-2. После окончания анализа смолу КУ-2 промывают 300 мл 10%-ного раствора лимонной кислоты, нейтрализованного до pH=6 концентрированным раствором едкого натра по бумажному универсальному индикатору. Затем в колонку наливают ~50 мл промывного раствора и оставляют на ночь. На следующий день через смолу сначала пропускают 100 мл 10%-ного нейтрализованного раствора лимонной кислоты, 200 мл NH_4OH 1:2, а затем ~ 200 мл горячего /50-60°С/ раствора соляной кислоты 1:3 для дополнительной регенерации и переведения смолы в Н-форму. Затем смолу отмывают водой /100-150 мл/ от хлор-ионов и пропускают через нее ~200 мл промывного раствора. Для хранения смолу заливают ~50 мл промывного раствора.

6. Мытье посуды. Во избежание сорбции радиоактивного вещества на стенках посуды не следует долго держать в ней растворы с пробами. Поэтому посуду /никелевые тигли, полистироловые измерительные и химические стеклянные стаканы/ следует мыть сразу по окончании анализа. Если загрязнение радиоактивными веществами не превышает одной трети натурального фона, посуду достаточно тщательно почистить содой /с помощью ерша/, обмыть водой, ополоснуть концентрированной соляной кислотой и снова водой. Более загрязненную посуду моют тщательнее: никелевые тигли кипятят 5-10 минут в растворе соляной кислоты 1:3 и обмывают водой. При этом растворяется окисная пленка и смываются оставшиеся следы облученной пробы. Полистироловые и химические стаканы оставляют на сутки в 10%-ном растворе лимонной кислоты и ополаскивают водой.

Д. Выполнение измерений и обработка результатов

Спектрорадиометрические измерения /предварительные и основные/ выполняют на одноканальном или многоканальном гамма-спектро-

метре. Интенсивность излучения тантала измеряют в одном канале в диапазоне энергий I,I2-I,23 мэв.

При продолжительности измерения проб и эталонов I00 сек. берут три отсчета. При малой интенсивности излучения /менее 3 имп. в сек. вместе с фоном/ продолжительность измерения составляет I000 сек., и в этом случае берут только один отсчет. Фон измеряют в начале и в конце рабочего дня в течение I000 сек.

Интенсивность излучения отобранных эталонов тантала в дисках измеряют дважды в разные дни. Если градиент потока тепловых нейтронов отсутствует, определяют среднее значение интенсивности излучения от эталона и отклонение от среднего для каждого эталона. Относительное среднеквадратичное отклонение от среднего не должно превышать 5–6%.

Если относительное отклонение отдельного эталона от среднего превышает I0%, то результаты измерения такого эталона из расчетов исключают. Сравнивая данные, полученные в разные дни, находят эталон, величина интенсивности излучения которого наиболее близка к среднему значению. Этот эталон оставляют для контрольных замеров. Измеряют его три раза, каждый раз в течение I00 сек., в начале и в конце рабочего дня.

После радиохимической обработки снова определяют среднюю интенсивность излучения растворов эталонов дважды в разные дни. Относительное среднеквадратичное отклонение в этом случае меньше[x/] и не должно превышать 3–4%. Пересчетный коэффициент $K_{фиг}$ определяют по формуле:

$$K_{фиг} = \frac{J_{эт}^{фиг} - Ф}{J_{эт}^{диск} - Ф}, \qquad /I/$$

x/ За счет постоянства геометрической формы при измерении .

где: $J_{эт}^{фиг}$ и $J_{эт}^{диск}$ - интенсивности излучения от эталона в фигурном стакане и в диске, имп/сек;

Ф - интенсивность излучения фона, имп/сек.

Коэффициент $К_{фиг}$ используют в дальнейшем при вычислении содержания тантала в пробах, определяя по интенсивности излучения эталона в диске интенсивность излучения в растворе.

Для измерения интенсивности излучения тантала растворы помещают в фигурные полистироловые стаканы, входящие в комплект датчика УСД-I, интенсивность излучения фона которых измерякт предварительно. Кроме того, два раза в месяц или после работы с большими активностями проверяют чистоту посуды для очередной партии проб, делая один замер в течение 100 сек. Если полученное значение превышает величину интенсивности излучения фона / f имп/ на величину стандартного отклонения / $\sqrt{f}$ /, то делают еще один отсчет и определяют среднее значение интенсивности излучения от посуды за вычетом интенсивности излучения от натурального фона. Посуду можно считать чистой, если разница между интенсивностью излучения от нее и интенсивностью излучения от натурального фона не более чем в три раза превышает стандартное отклонение. В противном случае ее надо мыть еще раз. Если фон посуды не удается снизить до допустимой величины, пользоваться ею нельзя.

Содержание пятиокиси тантала в пробах определяют, сравнивая интенсивность излучения пробы с интенсивностью излучения эталона в выбранном канале по формуле:

$$C_{пр}^{I} = \frac{/J_{пр}^{фиг} - Ф/ \cdot C_{эт}}{/J_{эт}^{диск} - Ф/ \cdot К_{фиг}}, \qquad /2/$$

где: $C^{I}_{пр}$ и $C_{эт}$ – содержание пятиокиси тантала в %% в пробе и в эталоне;

$J^{фиг}_{пр}$ и $J^{диск}_{эт}$ – интенсивность излучения от пробы и от эталона при навеске 100 мг, имп/сек;

Ф – интенсивность излучения натурального фона, имп/сек;

$K_{фиг}$ – пересчетный коэффициент от интенсивности излучения эталона в диске к интенсивности излучения эталона в фигурном стакане.

При определении низких концентраций тантала /менее 5.10^{-4} мг/ содержание его в полиэтиленовой упаковке /глухой опыт/ вычитают из найденного в пробе содержания.

Форма записи результатов измерений и форма журнала обработки результатов измерений проб и эталонов даны в приложениях 3 и 4.

Е. Определение радиометрической чистоты выделения тантала

Чтобы установить пригодность методики радиохимического отделения тантала от мешающих элементов для анализа горных пород и минералов, впервые исследуемых в лаборатории, необходимо проверить радиометрическую чистоту выделения двумя способами:

1/ по гамма-спектру;

2/ по периоду полураспада.

I. После радиохимического отделения тантала от мешающих элементов снимают гамма-спектр пробы на одноканальном или многоканальном гамма-спектрометре. Наличие посторонних пиков в области энергий гамма-излучения 0,8-1,1 и 1,3-2,0 мэв свидетельствует о присутствии в растворе значительного количества примесей. Результаты определения тантала будут завышены. В этом случае следует приме-

нить дополнительное выделение тантала, например, осаждение с фениларсоновой кислотой.

2. Так как определить наличие посторонних пиков в области излучения тантала затруднительно, то чистоту отделения тантала определяют по периоду полураспада радиоактивного вещества в растворе. Проще всего определить отношение интенсивности излучения пробы и эталона в выбранной области регистрации гамма-излучения тантала. Постоянство этого отношения указывает на равенство периодов полураспада, т.е. на отсутствие посторонних излучателей в области энергий I,I-I,3 мэв.

Техника безопасности

При выполнении активационного анализа работают с радиоактивными веществами. Величину наведенной активности измеряют на аппаратуре, в состав которой входят блоки высокого напряжения.

При работе с радиоактивными веществами следует руководствоваться общепринятыми правилами[II] и иметь в виду, что:

а/ до облучения пробы не радиоактивны.

б/ пробы облучаются в ядерном реакторе, принадлежащем посторонней организации /если это "Изотоп", то она сама и доставляет облученные пробы/. Если пробы должна перевозить организация, производящая анализ, то необходимо руководствоваться соответствующей инструкцией[8].

в/ при облучении активируются все элементы, входящие в состав пробы, причем образующиеся изотопы имеют самые различные периоды полураспада /от нескольких секунд до нескольких лет/ и обладают бета- и гамма-излучением различной энергии. Ввиду большой вариации состава проб активность их нельзя предусмотреть заранее. Ее опре-

деляют при помощи дозиметра типа РК-1.

При разборке проб в боксе находится одновременно до 150 проб и алюминиевый контейнер, а при радиохимической обработке и при измерении - 12 проб или эталонов. Работы относятся к Ш классу работ по количеству активности на рабочем месте. Группа радиотоксичности зависит от состава проб, но в среднем ее можно отнести к группе В.

г/ средняя годовая пропускная способность одной аналитической бригады /2 человека/ составляет до 1100-1200 проб в год, что отвечает 10 кюри. По потребляемой активности радиоактивных веществ в открытом виде лаборатория может относиться к Ш категории /без зональной планировки/. Можно работать без специальных приспособлений на рабочем месте, но при планируемой большой загрузке и постоянной работе отдельные радиохимические операции следует отгородить друг от друга защитными стенками, а перед шкафом поставить передвижное свинцовое стекло /толщиной 2-4 см/ .

д/ При проведении анализа используются, в основном, радиоактивные вещества открытого вида /от стадии радиохимического выделения и до окончания анализа/, и только на стадии разборки проб и предварительного измерения работают с радиоактивными веществами закрытого вида, так как упаковка в полиэтиленовые диски достаточно герметична .

е/ в ходе анализа радиоактивные вещества находятся в растворе или в расплаве, поэтому они менее опасны в смысле перехода их в воздух рабочего помещения, но в начале радиохимической обработки пробу прокаливают и некоторое время /до сплавления/ радиоактивное вещество находится в открытом твердом состоянии.

При работах с радиоактивными веществами для конкретного случая нейтронно-активационного определения тантала необходимо придерживаться следующих практических рекомендаций по технике безопасности:

а/ если свинцовый контейнер, в котором перевозят пробы после облучения, заражен, его надо мыть соляной кислотой d I,I9. Кислоту наливают прямо в гнездо контейнера и через 2-3 минуты отсасывают пипеткой с грушей. Затем гнездо промывают водой и протирают фильтровальной бумагой;

б/ разбирать пробы следует не ранее, чем через I4 дней после окончания облучения, когда активность алюминиевого контейнера с пробами спадет до 30 мкр/сек /при измерении дозиметром РК-I/;

в/ вскрывать контейнер и разбирать пробы разрешается только в боксе;

г/ пробы и эталоны в дисках не разрешается брать руками, а только пинцетом;

д/ при прокаливании пробы в муфеле необходимо исключить распыление озоленной пробы и вынимать тигель с пробой только после его остывания;

е/ после сплавления проба является уже только внешним излучателем. Работать с пробами можно только в резиновых перчатках. Раствор в фигурном стакане следует закрывать крышкой. С ионообменными колонками можно работать на открытом столе;

ж/ отработанный раствор, содержащий радиоактивный тантал, можно выливать в общую канализацию при содержании в нем тантала до 0,0I мг /при активности раствора в фигурном стакане 70-80 имп в сек/. При содержании до 0,I мг /активность до 800 имп в сек/ необходимо уменьшить концентрацию раствора /удельную активность/, разбавив его водой в I0 раз. После этого его тоже можно выливать в канализацию. При содержании тантала в растворе выше 0,I мг /активность выше 800 имп в сек/ раствор сливают в специальный контейнер для захоронения.

Промывные воды из колонки /при анализе пород и породообразующих минералов, в том числе и железистых/ можно выливать в канализацию. Если же активность пробы до радиохимической обработки превышает 2000 имп в сек (в диске), то активность промывных вод следует проверять на приборе. Если в 250 мл раствора активность выше 500 имп в сек, то растворы надо сливать в контейнер для захоронения.

В связи с использованием аппаратуры, находящейся под высоким напряжением, необходимо придерживаться также соответствующих правил техники безопасности[9]. Все приборы должны быть надежно заземлены. Источник высокого напряжения блок ВС-22 имеет блокировку на задней крышке и представляет опасность только при оголении кабеля высокого напряжения или при вскрытии датчика УСД-I. Поэтому при всех ремонтных работах следует обязательно выключать ток высокого напряжения. Нельзя также резко перегибать кабель высокого напряжения.

Литература

I. Алимарин И.П., Гибало И.М., Цинь-Гуан-Кук. Известия высш. уч.зав. Химия и химич.технология, № 3, 374-377, 1962.

2. Анализатор амплитудный дифференциальный одноканальный "ААДО-I", 1960. Техническое описание, инструкция и паспорт.

3. Атлас нейтронных сечений. Издание второе. Атомиздат, 1959.

4. Временная инструкция по внутрилабораторному контролю качества выполнения химических и количественных спектральных анализов полезных ископаемых в лабораториях системы МГ и ОН СССР, 1960.

5. Выпрямитель стабилизированный типа "ВС-22", 1961. Выпускной аттестат, техническое описание и инструкция по эксплуатации.

6. Джелепов Б.С., Пекер Л.К., Сергеев В.О. Схемы распада радиоактивных ядер. АН СССР, 1963.

7. Инструкция пользования весами торзионными марки ВТ, 1960

8.Правила по перевозке радиоактивных веществ. Госатомиздат, 1961.

9. Правила технической эксплуатации и безопасности обслуживания электроустановок промышленных предприятий. Госэнергоиздат, 1961.

10. Радиометр ПП-8, 1964. Техническое описание, инструкция и паспорт.

11. Санитарные правила работы с радиоактивными веществами и источниками ионизирующих излучений. Госатомиздат, 1960.

12. Универсальный сцинтилляционный датчик типа УСД, 1960, Техническое описание.

Приложение № 1

ЭЛЕКТРОНАГРЕВАТЕЛЬНЫЙ ШТАМП

Электронагревательный штамп представляет собой полую дюралевую трубку, в которую вставлен фарфоровый цилиндр с намотанной на нем нихромовой проволокой или пачка фарфоровых трубок с пропущенной через них проволокой. Штамп изолирован силиконовой замазкой, укрепленной с поверхности асбестовой ниткой. Сверху к трубке прикреплена ручка из эбонита. В эбонитовую ручку вставлен эбонитовый вывод, чтобы не переламывался провод. Другой конец трубки и является штампом для упаковки проб. Штамп имеет режущую и запаивающую части.

Штамп питается от сети переменного тока через ЛАТР /I0-30 в/. Чертеж штампа представлен на рис.I. Необходимо оставлять зазоры между ручкой и трубкой в 0,5 мм, так как трубка при нагревании увеличивается в размерах.

Зажимное устройство /рис.2/ представляет собой две пластинки, соединенные между собой с одной стороны шарниром, с другой – пружинным замком. Между пластинками помещается резиновая подушка. Верхняя пластинка прижимает к подушке полиэтиленовую пленку, под которую подкладывают алюминиевую фольгу. Через отверстия в верхней пластинке /диаметр их равен внешнему диаметру штампа/ на пленку насыпают пробу, которую сверху закрывают диском из полиэтилена. Диск из полиэтилена покрывают диском из фильтровальной бумаги. Диаметр обоих дисков на 0,5 мм меньше диаметра отверстия в пластинке. Ширина полиэтиленовой пленки, которая зажимается между верхней пластинкой и резиновой подушкой, равняется 36 мм.

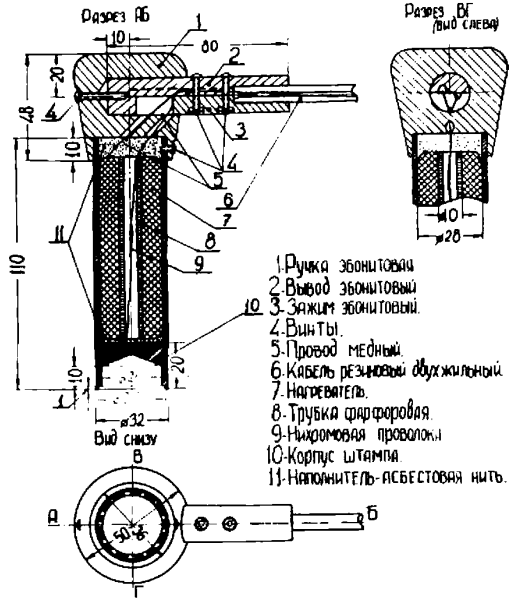


Рис. I. Электронагревательный штамп

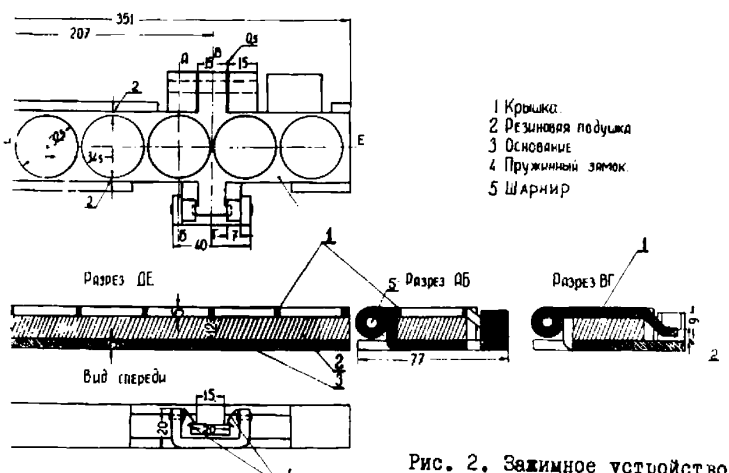


Рис. 2. Зажимное устройство

Приложение № 2

АЛЮМИНИЕВЫЙ КОНТЕЙНЕР

Алюминиевый контейнер представляет собой полый цилиндр с завинчивающейся пробкой из алюминия марки АВ-000 /рис. 3/. Общая высота 140 мм. Для сжимания проб сверху накладывается диск из алюминия той же марки с отверстием в середине диаметром 3-4 мм. Контейнер предлагаемого типа свободно размещается в стандартных свинцовых контейнерах марки КЛ-7,0 и КЛ-8,8, но для применения его в любом реакторе необходимо знать, какой конфигурации крышку можно применить в данном реакторе.

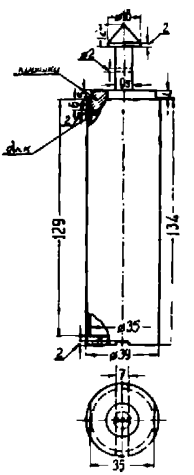


Рис. 3.Алюминиевый контейнер для облучения на реакторе

№ 67-НФ

Приложение № 3

Журнал записи измерений проб и эталонов

Аппаратура: ААДО-I № I74I Высокое напряжение: I400 в Оператор .....

Контейнер № 5А Усиление: 0,2-I0 в

Дата облучения: I7.IУ.66 г. Ширина окна-I0 в; порог дискриминации-30 в.

До радиохимического отделения						После радиохимического отделения							
Дата измерения / интенсивность излучения, имп в сек / №№ п/п пробы в контейнере	25.У.66 г.					26.У.66 г.			27.У.66 г.				
	Натурального фона прибора НФ	Эталона		Пробы в диске		Натурального фона прибора НФ	Натурального фона фигурного стакана		Натурального фона прибора НФ	Эталона в диске		Пробы в фигурном стакане	
		эт диск	ср. эт диск / ср. эт диск - НФ	пр диск	ср. пр диск / ср. пр. диск - НФ		$НФ_{фиг}$	ср. $НФ_{фиг}$ / ср. $НФ_{фиг}$ - НФ		диск эт	ср. диск эт / ср. диск - НФ эт	фиг пр	ср. фиг пр / ср. фиг - ср. НФ пр
72	0,368	I59,07 I59,6I I59,20	I59,29 I58,92	247,83 247,5I 247,67	247,67 247,30	0,346	0,27 0,34 0,3I	0,3I = 0,0	0,36I	I62,86 I6I,I4 I62,4I	I62,I4 I6I,78	28,52 28,89 28,82	28,74 28,38
75	0,368			247,I3 245,96 245,30	246,I8 245,76	0,346	0,57 0,42 0,46	0,48 = 0,I8	0,36I			28,28 28,53 27,87	28,28 27,87
96	0,368		ср.I60,52	I7,06 I7,39 I6,74	I7,06 I6,69	0,346	0,48 0,50 0,49	0,48 = 0,I3	0,36I			3,77 3,70 3,75	3,74 3,38
97	0,368			20,78 2I,I7 I9,95	20,62 20,25	0,346	0,50 0,57 0,39	0,49 = 0,I4	0,36I		ср.I62,I6	9,5I 8,9I 8,62	9,0I 8,65
II2	0,368	I59,95 I64,79 I62,78	I62,49 I62,I2	89,70 89,54 89,20	89,48 89,II	0,346	0,29 0,32 0,38	0,38 = 0,0	0,36I			8,58	3,587 3,226
I40	0,368	26,30[x] 26,58 26,67	26,50 26,I3	I73,77[x] I73,36 I73,9I	I73,68 I73,3I	0,346	0,57 0,68 0,59	0,60 = 0,25	0,36I			56,84[xx] 57,20 57,28	57,09 I/I0 56,73
I4I	0,368	-"-	-"-	28I,94[x] 280,9 282,46	28I,79 28I,42	0,346	0,6I 0,67 0,68	0,65 = 0,30	0,36I	I62,95 I62,88 I68,47	I62,90 I62,54	92,I7[xx] 92,98 98,0I	92,72 I/I0 92,36

[x] Эталон и проба измерялись на кристолите с фильтром из свинца

[xx] Измерялась интенсивность излучения аликвотной части раствора пробы (I/I0 часть общего объема/.

№ 67-ЯФ

Приложение № 4

Журнал обработки результатов измерений

№№ контейнеров: 5А Дата облучения 17.IУ.66 г. Пересчетный коэффициент 0,5328

№№ п/п в контейнере	№№ пробы	Краткая геологическая характеристика пробы	Вес пробы, мг	После радиохимического отделения					До радиохимического отделения				
				Интенсивность излучения, имп/сек	Содержание Ta_2O_5, γ	Содержание Ta_2O_5, %	Ср.содержание Ta_2O_5 %	Отн. откл. от средн. %	Интенс. излуч. имп/сек	Экв.сод. Ta_2O_5, γ	Экв.сод. Ta_2O_5,%	Ср.экв. сод.Ta_2O_5	Отн.отклон. от средн.,%
72	I237	Амазонитовый гранит	I00	28,38	3,28	0,0033	0,00325	-I,5	247,80	I5,4	0,0I5	0,0I5	0,0
75	-"-	-"-	I00	27,87	3,23	0,0032		+I,5	245,76	I5,3	0,0I5		
96	223	Топаз	I00	3,38	0,39I	0,00039			I6,69	I,04	0,00I0		
97	65	-"-	84,8	8,65	I,00	0,00I2			20,25	I,26	0,00I5		
II2	T-580	Магнетит	7,9I	3,226	0,373	0,0047			89,II	5,55	0,070		
		Эталон 0,0I0% Ta_2O_5	I00	I62,I6					I60,52				
I40	90[В]	Колумбит	I,59	567,6[XX]/xI0	65,7	4,I	4,0	-2,6	I73,8I[X]	66,3	4,2	4,I	-2,4
I4I	-"-	-"-	2,72	923,6[XX]/xI0	I06,9	8,9		+2,6	28I,42[X]	I07,7	4,0		+2,4
		Эталон 0,0I0% Ta_2O_5	I00	I62,I6					26,I3[X]				

[X] Эталон и проба измерялись на кристалле с фильтром из свинца.

[XX] Измерялась интенсивность излучения аликвотной части раствора пробы (I/I0 часть общего объема).

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 анализе	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