

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ (В И М С)



**Научный совет по аналитическим
методам**

Ядерно-физические методы

Инструкция № 178-ЯФ

МЫШЬЯК И СУРЬМА

Москва
1980

Выписка из приказа Министра геологии № 496 от 29 октября 1976 г.

4. При выполнении анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами и Научным советом по аналитическим методам.

Воспроизводимость и правильность результатов анализа руд и горных пород оценивается согласно Методическим указаниям ИСАМ "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ".

Примечание: Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим способом.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
Научный Совет по аналитическим методам
при ВИМСе

Ядерно-физические методы
Инструкция № 178-ЯФ

*Согласовано
Зам. начальника
Технического управления
Мингео СССР
И.И.Малкоё*

НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
МЫШЬЯКА И СУРЬМЫ ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ
С РАДИОХИМИЧЕСКИМ ВЫДЕЛЕНИЕМ

Всесоюзный научно-исследовательский институт
минерального сырья (ВИМС)

Москва, 1980

В соответствии с приказом Мингос СССР № 496 от 29 октября 1976 г. инструкция № П78-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 33 от 30.I.79г.)

Председатель НСАМ

Г.В.Остроумов

Председатель секции ядерно-
физических методов

А.Л.Якубович

Ученый секретарь

Р.С.Фридман

Инструкция № 178-ИФ рассмотрена в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 33 от 30.I.79 г.) и утверждена ВИСом с введенным в действие с 1 сентября 1980 г.

НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЫШЬЯКА И СУРЬМЫ ИЗ ОДНОЙ НАВЕСКИ С РАДИОХИМИЧЕСКИМ ВЫДЕЛЕНИЕМ^{х)}

Сущность метода

Методика нейтронно-активационного определения мышьяка и сурьмы в горных породах, разработанная М.Б.Шаровой, Л.Н. Любимовой, Ю.П.Саломиним и К.Н.Риминной, основана на образовании под действием тепловых нейтронов ядерного реактора радиоактивных изотопов мышьяка-76 и сурьмы-122 из стабильных изотопов мышьяка-75 и сурьмы-121.

Методика заключается в облучении стабильных изотопов мышьяка и сурьмы, радиохимическом выделении радиоактивных изотопов этих элементов из активированной пробы и в гамма-спектрометрическом измерении излучения мышьяка-76 в области фотопика с энергией 559 кэв и сурьмы-122 в области фотопика с энергией 561 кэв^{1,2,3}.

Период полураспада мышьяка-76 составляет 27 часов, сурьмы-122 - 2,7 дня.

Пробы и образцы сравнения, упакованные в алюминиевую фольгу, облучают в потоке тепловых нейтронов $1,2 \cdot 10^{13}$ н/(см².сек) в течение 5-10 часов. Время "остывания" составляет не менее трех суток.

При облучении активируются элементы, входящие в состав горных пород. Многие из них мешают определению мышьяка и сурьмы. Для разделения определяемых изотопов и отделения их от мешающих элементов применяют радиохимическое выделение изотопов мышьяка и сурьмы в присутствии соответствующего носителя.

^{х)} Внесено лабораторией ядерных и изотопных методов анализа и химико-аналитической лабораторией ВИСА.

Мышьяк экстрагируют бензолом из раствора, 9 н. по соляной кислоте и 4 н. по серной, и рекстрагируют водой II.

Сурьму выделяют последовательно цементацией на медной фольге из 25%-ного раствора соляной кислоты и сорбцией на анкионите АВ-17 из 2 н. солянокислого раствора с последующей десорбцией сурьмы серной кислотой 1:9¹⁰.

Для проб, содержащих более 0,01% урана, требуется дополнительная очистка мышьяка и сурьмы от продуктов деления урана. В этом случае мышьяк повторно экстрагируют бензолом, сурьму сорбируют на смоле АВ-17. Условия экстракции мышьяка и сорбции сурьмы те же, что и при первом их радиохимическом выделении.

Пробу разлагают смесью азотной, серной и хлорной кислот. Для получения стабильного выхода мышьяка и сурьмы при их радиохимическом выделении необходимо ввести носитель (по 2 мг мышьяка и сурьмы) и таким образом увеличить содержание этих элементов, так как при микрограммовых их количествах возможны потери радиоактивных изотопов ^{76}As и ^{122}Sb . В присутствии же носителей потери их незначительны и одинаковы для пробы и для образца сравнения. Радиохимический выход мышьяка и сурьмы равен $93 \pm 1,9\%$, для проб с большим содержанием урана — $88 \pm 1,8\%$.

Гамма-излучение растворов, содержащих мышьяк и сурьму, измеряют на гамма-спектрометре с полупроводниковым детектором с рабочим объемом от 25 до 100 см³.

Удельная активность изотопов при выбранных условиях облучения и измерения составляет (при ПЩ с рабочим объемом 90 см³) 14000 имп/сек на 1 мг мышьяка через четыре дня после окончания излучения и 42000 имп/сек на 1 мг сурьмы через двенадцать дней после окончания облучения.

Содержание мышьяка и сурьмы определяют относительным методом, сравнивая активность элементов в пробе и в образце сравнения.

В качестве образцов сравнения используют стандартные образцы состава (СОС) с содержанием мышьяка $n \cdot 10^{-2}\%$ и сурьмы $n \cdot 10^{-3}\%$.

В величину активности изотопов мышьяка и сурьмы вносят поправку на их распад.

Расчеты и опыт работы показывают, что при определении мышьяка и сурьмы в горных породах по настоящей методике ни один элемент не мешает их определению.

При стандартной навеске пробы и образца сравнения 100 мг предел обнаружения для мышьяка через пять дней после окончания облучения составляет $5 \cdot 10^{-6}\%$ и увеличивается вдвое через каждые 27 часов (см.табл.1); для сурьмы через семь дней после окончания облучения предел обнаружения равен $3 \cdot 10^{-6}\%$ и увеличивается вдвое через каждые 2,7 дня (см.табл.1).

Методика была проверена на пробах гранитоидов, диабазов, порфириров, сульфидов и породообразующих минералов (биотита, мусковита, полевых шпатов и кварца).

Методика рекомендуется для определения мышьяка и сурьмы по III категории точности в различных горных породах и минералах в интервале содержаний мышьяка от $2 \cdot 10^{-5}$ до 0,5%, сурьмы от $3 \cdot 10^{-6}$ до 0,1%.

Расхождения между повторными определениями для содержания мышьяка от $2 \cdot 10^{-5}$ до 0,5% и сурьмы от $3 \cdot 10^{-6}$ до 0,1% укладываются в допустимые расхождения инструкции по внутрилабораторному контролю с некоторым запасом точности (см.табл.2).

Таблица I

Пределы обнаружения мышьяка и сурьмы при времени облучения 5 час и потоке нейтронов $1,2 \cdot 10^{13}$ н/(см²сек) (при времени облучения 10 час. пределы обнаружения снижаются вдвое)

Время остывания, сутки		5	6	7	8	9	10
Предел обнаружения	$n \cdot 10^{-6}\%$ As	5	9,3	17,3	32,2	59,8	III,3
	$n \cdot 10^{-6}\%$ Sb	-	-	3	3,9	5,0	6,4

Время остывания, сутки		11	12	13	14	15	16	17	18
Предел обнаружения	$n \cdot 10^{-6}\%$ As	207	385						
	$n \cdot 10^{-6}\%$ Sb	8,3	10,6	13,7	17,6	22,7	29,2	37,7	48,5

Таблица 2

Допустимые расхождения ($\Delta_{\text{доп}}$)⁶, фактические расхождения ($\Delta_{\text{эксн}}$) и запас точности ($Z = \frac{\Delta_{\text{доп}}}{\Delta_{\text{эксн}}}$)

Содержание элемента, %	Индий			Сурьма			
	$\Delta_{\text{доп}}$ отн. %	$\Delta_{\text{эксн.}}$ отн. %	Z	$\Delta_{\text{доп}}$ отн. %	$\Delta_{\text{эксн.}}$ отн. %	Z	
0,2	-0,499	21	21,0	1,0	37	-	-
0,1	-0,199	28	28,0	1,0	47	-	-
0,05	-0,099	37	14,8	2,5	55	-	-
0,02	- 0,049	50	14,5	3,5	67	14,0	4,8
0,01	-0,019	70	50,9	1,4	80	21,0	3,8
0,005	-0,0099	83	16,2	5,2	83	21,0	3,9
0,002	-0,0049	83	29,1	2,9	83	30,2	2,8
0,001	-0,0019	83	38,4	2,2	83	25,4	3,3
0,0005	-0,00099	83	27,4	3,0	83	35,0	2,4
0,0002	-0,00049	83	48,6	1,7	83	33,3	2,5
0,0001	-0,00019	83	46,2	1,8	83	45,0	1,9
0,00005	-0,000099	83	74,4	1,1	83	56,5	1,5
0,00002	-0,000049						
0,00001	-0,000019	-	-	-	83	53,5	1,6
0,000005	-0,0000099	-	-	-	83	83,0	1,0
0,000002	-0,0000049	-	-	-	83	46,7	1,8

Реактивы и материалы

1. Кислота азотная $d \ 1,40^{x)}$ и разбавленная 1:1.
2. Кислота серная $d \ 1,84$ и разбавленная 1:9.
3. Кислота соляная $d \ 1,19$ и разбавленная 1:4 и 1:1;

2 н. раствор.

4. Кислота хлорная, 57%-ная.
5. Кислота уксусная.
6. Едкий натр, 5%-ный раствор.
7. Натрий сернистоокислый.
8. Натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит).
9. Перекись водорода, 30%-ный раствор.

x/d - относительная плотность.

10. Бензол.

11. Пирокатахин.

12. Спирт ректификат.

13. Носитель мышьяка — раствор, содержащий 1 мг As в 1 мл. Навеску мышьяковокислого натрия ($\text{Na}_3\text{AsO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) растворяют в 250 мл воды.

14. Носитель сурьмы — раствор, содержащий 1 мг Sb в 1 мл. Навеску 250 мг металлической сурьмы растворяют в стакане при нагревании в 100 мл серной кислоты 1:1. К остывшему раствору приливают воду до 100 мл, переносят в мерную колбу на 250 мл и доливают до метки разбавленной 1:1 серной кислотой.

15. Промывной раствор. К 100 мл воды прибавляют 100 мл серной кислоты d 1,84, охлаждают и прибавляют 800 мл соляной кислоты d 1,19.

16. Алюминиевая фольга толщиной 0,2–0,3 мм из алюминия марки А-995.

17. Медная фольга размером 20х2,5 см, толщиной 1–2 мм.

18. Смола АВ-17. Крупность зерен 0,1–0,25 мм.

19. Образцы сравнения мышьяка. В качестве образцов сравнения используют стандартные образцы состава (СОС) с содержанием мышьяка $n \cdot 10^{-2}\%$.

20. Образцы сравнения сурьмы. В качестве образцов сравнения используют стандартные образцы состава (СОС) с содержанием сурьмы $n \cdot 10^{-3}\%$.

Аппаратура и оборудование

1. Многоканальный гамма-спектрометр с $\text{Ge}(\text{Li})$ —полупроводниковым детектором от 20 до 100 см³, со спектрометрическим усилителем СЭС-2-03 и многоканальным анализатором типа АИ-256, АИ-4096 и др.

2. Свинцовый контейнер для перевозки облученных проб — КЛ-7,0; КЛ-8,8 или КЛ-10,0.

3. Торсионные весы⁴ марки ВТ-200 и ВТ-20.

4. Свинцовый сейф (для хранения реперных источников, образцов сравнения и проб) типа ТСЗ, ССП или СЗ.

5. Бокс (для разборки облученных проб) типа 6К-НК, 6К-СТ, 3К-СТ и др.

6. Секундомер.
7. Дозиметр марки ДРГ 3-01.
8. Инструмент дистанционный типа ИД.
9. Делительная воронка объемом 200 мл.
10. Контейнеры ⁵ из алюминия марки А-999.
11. Стекланные колонки длиной 25 см, диаметром 8-10 мм.
12. Набор образцовых спектрометрических гамма-источников ОСГМ-(Б)- реперные источники.
13. Свинцовые стекла.
14. Свинцовые кирпичи.

Ход анализа

1. Упаковка проб в контейнере

Навески проб и образцов сравнения 100 мг, взвешенные на торзионных весах⁴ с точностью не ниже 1%, запечатывают в пакетики из алюминиевой фольги высокой чистоты, на которых иголкой надписывают номер проб. Пробы рассортировывают на группы по предполагаемому содержанию мышьяка и размещают в контейнере таким образом, чтобы проб с наименьшим содержанием лежали сверху. В контейнер помещают 45-50 проб и не менее трех образцов сравнения на каждый элемент. Образцы сравнения размещают равномерно по всей длине контейнера.

2. Облучение проб в реакторе

Пробы облучают в ядерном реакторе в потоке тепловых нейтронов $1,2 \cdot 10^{13}$ нейтрон/(см².сек) в течение 5-10 часов. Время "остывания" проб горных пород и минералов после облучения должно составлять не менее трех суток. Перевозить облученные пробы необходимо в свинцовом контейнере⁹.

Облученные пробы сдают в хранилище, где по истечении времени "остывания" (трое суток) их разбирают в боксе на партии.

В первую очередь анализируют образцы сравнения и пробы с низким содержанием определяемых элементов.

3. Радиохимическая обработка проб

а) Проб, содержащие не более 0,01% урана

Пакетик из алюминиевой фольги с облученной пробой аккуратно открывают в боксе при помощи пинцета и ссыпают пробу

в стакан емкостью 250 мл. Приливают 10 мл азотной кислоты d 1,40, 2 мл 57%-ной хлорной кислоты, 4 мл серной кислоты d 1,84 и по 2 мл носителей мышьяка и сурьмы. Стакан закрывают часовым стеклом и нагревают на плитке до начала выделения паров хлорной кислоты. После охлаждения стенки стакана и часовое стекло обмывают водой (30-40 мл) и содержимое стакана кипятят для растворения солей.

Нерастворимый остаток отфильтровывают через два фильтра с синей лентой (диаметр 9 см). Стакан и осадок на фильтре промывают водой. Объем фильтрата и промывных вод должен составлять 100-120 мл. Фильтр с осадком отбрасывают. Фильтрат упаривают на плитке до начала выделения паров хлорной кислоты. Во избежание потерь мышьяка сильное дымление не рекомендуется.

В остывший стакан вливают 4 мл воды и через 10-15 минут переносят раствор в делительную воронку на 100 мл, в которую предварительно наливают 40 мл бензола. Стакан обмывают небольшими порциями три-четыре раза соляной кислотой d 1,19 (всего 35 мл), сливая ее в ту же делительную воронку. Прибавляют 200 мг пирокатехина, закрывают воронку пробкой и сильно встряхивают несколько раз. Переворачивают воронку, открывают нижний кран и спускают избыточное давление в воронке. Мышьяк экстрагируют в течение одной минуты.

Для разделения слоев содержимому воронки дают отстояться 10-15 минут и сливают нижний солянокислый слой в стакан емкостью 400 мл. Из этого раствора в дальнейшем выделяют сурьму.

К бензольному слою в делительной воронке прибавляют 40 мл воды и рекстрагируют мышьяк в течение одной минуты. Дают отстояться 10-15 минут, водный раствор, содержащий мышьяк, сливают в стакан емкостью 300 мл и передают на измерение для определения содержания мышьяка. Бензольный слой отбрасывают.

К солянокислому раствору, находящемуся в стакане на 400 мл, прибавляют 250 мл воды, 3-4 г гипофосфита натрия, 1 г винной кислоты, помещают в него предварительно очищенную в азотной кислоте 1:1 и промытую в воде медную фольгу, закрывают часовым стеклом и кипятят 1,5-2 часа, приливая в стакан горячую воду по мере ее выкипания.

Медную фольгу с выделенной на ней сурьмой промывают водой, погружая ее последовательно в два стакана с водой, и переносят в стакан емкостью 100 мл, в который предварительно помещают 80 мл 5%-ного раствора едкого натра и 0,5 г винной кислоты. Затем прибавляют 8-10 капель перекиси водорода и нагревают на плитке 3-5 минут для растворения сурьмы.

Щелочной раствор сурьмы переносят в стакан емкостью 250 мл, обмывают стакан, в котором была фольга, водой (10 мл), раствор нейтрализуют соляной кислотой d 1,19 и прибавляют избыток ее, чтобы раствор получился 2 н. по соляной кислоте (на 100 мл раствора прибавляют 22 мл кислоты). Прибавляют 0,5 г сульфата натрия и кипятят в течение одной минуты. Остывший раствор пропускают через анионит АВ-17 со скоростью одна капля в секунду. По окончании пропускания раствора стакан и колонку промывают три-четыре раза 2 н. соляной кислотой (небольшими порциями, всего 100 мл).

Сурьму вымывают из смолы серной кислотой 1:9, пропуская ее со скоростью одна капля в секунду. Элюат объемом 50-100 мл, содержащий сурьму, собирают в стакан емкостью 250 мл, упаривают до 10 мл и передают на измерение для определения содержания сурьмы.

б) Пробы, содержащие более 0,01% урана

Если в пробе содержится более 0,01% урана, то образующиеся при облучении осколки деления урана переходят в водный раствор, в котором находится мышьяк, и мешают его определению.

Для их отделения к водному раствору, содержащему мышьяк, прибавляют 5 мл азотной кислоты d 1,40, 1 мл 57%-ной хлорной кислоты, 5 мл серной кислоты d 1,84 и упаривают до начала выделения паров хлорной кислоты. К остывшему раствору прибавляют 5 мл воды, охлаждают в течение 10-15 минут и переносят в делительную воронку на 100 мл. Экстрагируют мышьяк как описано выше. Солянокислый слой сливают и отбрасывают.

К бензольному слою в делительной воронке прибавляют 40 мл воды и экстрагируют мышьяк в течение одной минуты. После разделения фаз водный слой, содержащий мышьяк, сливают в

стакан емкостью 300 мл и передает на измерение для определения содержания мышьяка. Бензольный слой отбрасывают.

К сернокислому раствору, полученному после эликирования сурьмы с анкионита АВ-17, прибавляют 5 мл азотной кислоты $d_{4} 1,40$ и упаривают до 0,5-1 мл. К остатку прибавляют 42 мл воды, 8 мл соляной кислоты $d_{4} 1,19$, 0,5 г сульфата натрия и кипятят на плитке одну минуту. Остывший раствор пропускают через анкионит АВ-17. Сурьму эликируют со смолой серной кислотой 1:9 (50-100 мл) в стакан емкостью 250 мл, полученный раствор упаривают до 10 мл и передают на измерение для определения содержания сурьмы.

4. Подготовка смолы АВ-17 к определению и ее регенерация

Навеску сухой смолы АВ-17 1,5 г насыпают в колонку и промывают соляной кислотой 1:1 до исчезновения реакции на ион железа, затем промывают водой до полного отсутствия хлор-иона. Перед пропусканьем раствора сурьмы колонку промывают 2 н. соляной кислотой (50-70 мл).

По окончании эликирования сурьмы колонку отмывают от ее следов, пропуская через смолу 200-250 мл серной кислоты, а затем 50-70 мл воды.

5. Выполнение измерений и обработка результатов

Спектрометрические измерения выполняют на многоканальном полупроводниковом гамма-спектрометре, собираемом из отдельных приборов, выпускаемых промышленностью. В табл.3 показаны возможные варианты компоновки гамма-спектрометра.

Для устранения мешающего влияния натурального фона кожупроводниковый детектор (ППД) помещают в свинцовую защиту толщиной не менее 50 мм, а для устранения характеристического излучения свинца (для уменьшения загрузки ППД) ставят дополнительные фильтры из меди и кадмия толщиной от 0,5 до 1 мм каждый. Расстояние от торца ППД до поверхности свинцовой защиты должно быть не менее 30 см.

Питающее напряжение на все приборы подается в соответствии с инструкциями по их эксплуатации.

Варианты компоновки гамма-спектрометра

Детектор	Спектрометриче- ский усилитель	Анализатор	Выводные устройства
ДГДК-90В ^{х)}	СЭС 2-03	АИ-256	БЗ-15
ДГДК-90В ^{х)}	СЭС 2-03	АИ-4096 ^{хх)}	ЭПШ-09 БЗ-15
ДГДК-90В ^{х)}	ВУС-2	АИ-4096 ^{хх)}	БЗ-15

В соответствии с параметрами собранного гамма-спектрометра выбирают область определения мышьяка и сурьмы: в нее должны входить основные пики мышьяка (559 кэв) и сурьмы (561 кэв) и на каждый из обсчитываемых пиков должно приходиться не более четырех каналов. При измерении на ППД с разрешением 4,5 кэв по линии 1332 кэв Co^{60} на АИ-256 эта область составляет от 400 до 2000 кэв.

Выбранную область градуируют, проверяют на линейность не менее чем по трем пикам реперных источников Na^{22} , Cs^{137} , Zn^{65} , γ^{88} и строят градуировочный график зависимости энергии гамма-квантов (E_γ) от номера канала (n).

Подбирают такое расстояние от самой активной пробы до датчика, чтобы просчет по "мертвому" времени гамма-спектрометра не превышал 10% по стрелочному индикатору. При отсутствии индикатора необходимо следить, чтобы не ухудшалось разрешение. Желательно разбить все пробы на группы по активности и каждую группу измерять на разных расстояниях от полупроводникового детектора.

Измерения начинают с образцов сравнения и измеряют их ежедневно. Перед измерением партии проб и после окончания измерений определяют натуральный фон, чтобы проконтролировать чистоту поверхности детектора. Время отдельного измерения не должно превышать 2000 сек.

х) Можно заменить полупроводниковым детектором с рабочим объемом не менее 25 см³.

хх) Можно заменить анализатором АИ-1024.

Начало измерения каждой пробы и образца сравнения записывают с точностью до минуты для введения поправки на распад мышьяка-76 и сурьмы-122.

Результаты измерений гамма-спектров в цифровой форме получают с помощью цифронечатающего устройства.

Обработку гамма-спектров начинают с идентификации фотопиков. Для этого с помощью градуировочного графика определяют энергию фотопиков, а затем по справочникам и атласам гамма-спектров находят элементы, которым они принадлежат.

Содержание мышьяка определяют по величине активности в фотопике с энергией 559 кэв, сурьмы — в фотопике с энергией 561 кэв. Сначала устанавливают границы фотопиков, затем активность в этих фотопиках (\mathcal{I}).

$$\mathcal{I} = \frac{N - N_{\phi}}{t},$$

где t — продолжительность измерения, секунды;

N — площадь фотопика вместе с подставкой (сумма импульсов во всех каналах, определяющих фотопик);

N_{ϕ} — площадь подставки фотопика. Эту величину вычисляют следующим образом: суммируют импульсы в каналах слева от фотопика^{х)}, делят на число взятых каналов и находят среднюю величину числа импульсов для каналов слева от пика; затем суммируют импульсы в каналах справа от пика и так же находят среднюю величину. Обе величины складывают, делят на два и умножают на число каналов в анализируемом фотопике.

Содержание элемента, к которому относится этот фотопик, определяют, сравнивая активность этого пика с активностью этого же пика от образца сравнения.

$$C_{\text{пр}} = \frac{\mathcal{I}_{\text{пр}} \cdot C_{\text{обр. ср.}} \cdot P_{\text{обр. ср.}} \cdot m_{\text{обр. ср.}} \cdot n_{\text{обр. ср.}}}{\mathcal{I}_{\text{обр. ср.}} \cdot P_{\text{пр.}} \cdot m_{\text{пр.}} \cdot n_{\text{пр.}}},$$

где $C_{\text{пр.}}$, $C_{\text{обр. ср.}}$ — содержание элемента в пробе и в образце сравнения, %;

^{х)} Число взятых для расчета каналов зависит от близости гамма-лучей мешающих элементов к анализируемому фотопику, но оно должно быть не менее двух.

$\bar{I}_{пр.}, \bar{I}_{обр. ср.}$ - активность фотопика пробы и образца сравнения^{х)}, кмп/сек;

$P_{пр.}, P_{обр. ср.}$ - навеска пробы и образца сравнения, мг;

$m_{пр.}, m_{обр. ср.}$ - поправка на радиохимический выход пробы и образца сравнения, отн. величины;

$n_{пр.}, n_{обр. ср.}$ - поправка на распад элемента в пробе и в образце сравнения, отн. величины.

Так как коэффициент вариации радиохимического выхода элементов составляет приблизительно 2%, отношение $\frac{m_{обр. ср.}}{m_{пр.}}$ можно принять за единицу.

Если навески пробы и образца сравнения одинаковы, можно исключить отношение $\frac{P_{обр. ср.}}{P_{пр.}}$.

Таким образом, формула приобретает следующий вид:

$$C_{пр.} = \frac{\bar{I}_{пр.} \cdot C_{обр. ср.} \cdot n_{обр. ср.}}{\bar{I}_{обр. ср.} \cdot n_{пр.}}$$

Поправки на распад мышьяка и сурьмы даны в табл. 6 и 7.

Результаты измерения проб и образцов сравнения в течение рабочего дня приводят к моменту начала измерений.

В табл. 4 в качестве примера приведены данные, по которым рассчитывается площадь фотопика.

Таблица 4

Данные, полученные на анализаторе

Номер канала	70	71	72	73	74	75	76
Число импульсов в канале	94	73	41	42	40	45	73
Номер канала	77	78	79	80	81	82	83
Число импульсов в канале	117	187	295	378	328	188	145
Номер канала	84	85	86	87	88	89	90
Число импульсов в канале	147	85	27	23	22	25	20
Номер канала	91						
Число импульсов в канале	21						

х) $\bar{I}_{обр. ср.}$ - средняя величина активности образцов сравнения, приведенной к началу рабочего дня.

1. Сумма импульсов в канале аналитического пика (76-85 каналы):

$$N = 73 + 117 + 187 + 295 + 378 + 328 + 188 + 145 + 147 + 85 = 1943$$

2. Уровень фона слева от пика (72-75 каналы):

$$N_{\Phi_1} = \frac{41 + 42 + 40 + 45}{4} = 42$$

3. Уровень фона справа от пика (86-91 каналы):

$$N_{\Phi_2} = \frac{27 + 23 + 22 + 25 + 20 + 21}{6} = 23$$

4. Фон для области аналитического пика (76-85 каналы, всего 10 каналов):

$$N_{\Phi} = \frac{42 + 23}{2} \cdot 10 = 325$$

5. Число импульсов в аналитическом пике:

$$N - N_{\Phi} = 1943 - 325 = 1618$$

Форма записи данных, получаемых при измерениях, и расчет содержания элементов показаны в табл.5 на примере мышьяка.

Форма записи при нейтронно-активационном определении мышьяка

№ п.п	Наименование пробы	Навеска Р, мг	Сумма им-пульсов в канале фотопика N	Фон для области фотопика N _ф	Число им-пульсов в пике N-N _ф	Продолжительность измерения t, сек	Активность фотопика $A = \frac{N-N_{\phi}}{t}$ имп/сек	Время измерения T	Продолжительность распада $\Delta T = T - T_0$ мин.	Поправка на распад, П	Скорость счета, приведенная к T ₀ : $\frac{A}{P}$, имп/сек	Содержание мышьяка С, %
I	Образец сравнения № 1	100	23911	48	23863	100	238,63	15 ⁰⁰	0	I	238,63	0,012
2	Образец сравнения № 2	100	24548	41	24507	100	245,07	15 ¹⁰	10	0,9957	246,13	0,012
3	Образец сравнения № 3	100	23638	47	23591	100	235,91	15 ²⁰	20	0,9914	237,96	0,012
4	7	100	294	22	272	100	2,72	15 ⁴⁷	47	0,9799	2,78	1,4 · 10 ⁻⁴
5	9	100	516	27	489	100	4,89	15 ⁵²	52	0,9778	5,00	2,5 · 10 ⁻⁴
6	Образец сравнения № 1	100	23360	47	23318	100	233,13	16 ⁰⁵	65	0,9724	239,75	0,012
7	Натуральный фон		473			1000						

Примечание: I. T₀ - время начала измерений.

2. При расчете содержания мышьяка в пробах взята средняя скорость счета от образца сравнения:

$$\left(\frac{A_{\text{обр. ср.}}}{n_{\text{обр. ср.}}} \right) = \frac{238,63 + 246,13 + 237,96 + 239,75}{4} = 240,62 \text{ имп/сек.}$$

$$\text{Для пробы \# 7: } \frac{A_{\text{пр.}}}{n_{\text{пр.}}} = 2,78; \quad \frac{A_{\text{обр. ср.}}}{n_{\text{обр. ср.}}} = 240,62; \quad C_{\text{обр. ср.}} = 0,012\%$$

$$C_{\text{пр.}} = \frac{A_{\text{пр.}} \cdot C_{\text{обр. ср.}} \cdot n_{\text{обр. ср.}}}{n_{\text{пр.}} \cdot A_{\text{обр. ср.}}} = \frac{2,78 \cdot 0,012}{240,62} = 1,4 \cdot 10^{-4} \%$$

Поправка на распад мышьяка-76 / $T_{1/2} = 26,8$ часа/

№ 176-40

Таблица 6

ΔT мин	n	ΔT мин	n	ΔT мин	n	ΔT мин	n	ΔT мин	n	ΔT мин	n	ΔT мин	n	ΔT мин	n
1	0,9996	61	0,9740	121	0,9492	181	0,9249	241	0,9013	301	0,8783	361	0,8559	421	0,8340
2	9991	62	9736	122	9488	182	9245	242	9009	302	8779	362	8555	422	8337
3	9987	63	9732	123	9484	183	9241	243	9006	303	8776	363	8552	423	8333
4	9983	64	9728	124	9480	184	9237	244	9002	304	8772	364	8548	424	8330
5	9978	65	9724	125	9475	185	9234	245	8998	305	8768	365	8544	425	8326
6	9974	66	9720	126	9471	186	9230	246	8994	306	8764	366	8540	426	8322
7	9970	67	9715	127	9467	187	9226	247	8990	307	8760	367	8537	427	8319
8	9966	68	9711	128	9463	188	9222	248	8986	308	8757	368	8533	428	8315
9	9961	69	9707	129	9459	189	9218	249	8982	309	8753	369	8529	429	8312
10	9957	70	9703	130	9455	190	9214	250	8978	310	8749	370	8526	430	8408
11	9953	71	9699	131	9451	191	9210	251	8974	311	8745	371	8522	431	8304
12	9948	72	9694	132	9447	192	9206	252	8971	312	8742	372	8518	432	8301
13	9944	73	9690	133	9443	193	9202	253	8967	313	8738	373	8515	433	8297
14	9940	74	9686	134	9439	194	9198	254	8963	314	8734	374	8511	434	8294
15	9936	75	9682	135	9435	195	9194	255	8959	315	8730	375	8507	435	8290
16	9931	76	9678	136	9431	196	9190	256	8955	316	8727	376	8504	436	8287
17	9927	77	9674	137	9427	197	9186	257	8951	317	8723	377	8500	437	8283
18	9923	78	9669	138	9422	198	9182	258	8947	318	8719	378	8496	438	8279
19	9918	79	9665	139	9418	199	9178	259	8944	319	8715	379	8493	439	8276
20	9914	80	9661	140	9414	200	9174	260	8940	320	8712	380	8489	440	8272
21	9910	81	9657	141	9410	201	9170	261	8936	321	8708	381	8485	441	8269
22	9906	82	9653	142	9406	202	9166	262	8932	322	8704	382	8482	442	8265
23	9901	83	9649	143	9402	203	9162	263	8928	323	8700	383	8478	443	8262
24	9897	84	9644	144	9398	204	9158	264	8924	324	8697	384	8474	444	8258
25	9893	85	9640	145	9394	205	9154	265	8921	325	8693	385	8471	445	8255
26	9889	86	9636	146	9390	206	9150	266	8917	326	8689	386	8467	446	8251
27	9884	87	9632	147	9386	207	9146	267	8913	327	8685	387	8464	447	8247
28	9880	88	9628	148	9382	208	9142	268	8909	328	8682	388	8460	448	8244
29	9876	89	9624	149	9378	209	9138	269	8905	329	8678	389	8456	449	8240
30	9872	90	9619	150	9374	210	9134	270	8901	330	8674	390	8453	450	8237
31	9867	91	9615	151	9370	211	9130	271	8897	331	8670	391	8449	451	8233
32	9863	92	9611	152	9366	212	9127	272	8894	332	8667	392	8445	452	8230
33	9859	93	9607	153	9362	213	9123	273	8890	333	8663	393	8442	453	8226
34	9855	94	9603	154	9358	214	9119	274	8886	334	8659	394	8438	454	8223
35	9850	95	9599	155	9354	215	9115	275	8882	335	8655	395	8434	455	8219
36	9846	96	9595	156	9350	216	9111	276	8878	336	8652	396	8431	456	8215
37	9842	97	9590	157	9346	217	9107	277	8874	337	8648	397	8427	457	8212
38	9838	98	9586	158	9342	218	9103	278	8871	338	8644	398	8423	458	8208
39	9833	99	9582	159	9338	219	9099	279	8867	339	8640	399	8420	459	8205
40	9829	100	9578	160	9334	220	9095	280	8863	340	8637	400	8416	460	8201
41	9825	101	9574	161	9330	221	9091	281	8859	341	8633	401	8413	461	8198
42	9821	102	9570	162	9326	222	9087	282	8855	342	8629	402	8409	462	8194
43	9816	103	9566	163	9321	223	9083	283	8852	343	8626	403	8405	463	8191
44	9812	104	9562	164	9317	224	9080	284	8848	344	8622	404	8402	464	8187
45	9808	105	9557	165	9313	225	9076	285	8844	345	8618	405	8398	465	8184
46	9804	106	9553	166	9309	226	9072	286	8840	346	8614	406	8394	466	8180
47	9799	107	9549	167	9305	227	9068	287	8836	347	8611	407	8391	467	8177
48	9795	108	9545	168	9301	228	9064	288	8833	348	8607	408	8387	468	8173
49	9791	109	9541	169	9297	229	9060	289	8829	349	8603	409	8384	469	8170
50	9787	110	9537	170	9293	230	9056	290	8825	350	8600	410	8380	470	8166
51	9783	111	9533	171	9289	231	9052	291	8821	351	8596	411	8376	471	8163
52	9778	112	9529	172	9285	232	9048	292	8817	352	8592	412	8373	472	8159
53	9774	113	9525	173	9281	233	9044	293	8813	353	8588	413	8369	473	8156
54	9770	114	9520	174	9277	234	9041	294	8810	354	8585	414	8366	474	8152
55	9766	115	9516	175	9273	235	9037	295	8806	355	8581	415	8362	475	8148
56	9761	116	9512	176	9269	236	9033	296	8802	356	8577	416	8358	476	8145
57	9757	117	9508	177	9265	237	9029	297	8798	357	8574	417	8355	477	8141
58	9753	118	9504	178	9261	238	9025	298	8795	358	8570	418	8351	478	8138
59	9749	119	9500	179	9257	239	9021	299	8791	359	8566	419	8348	479	8134
60	9745	120	9496	180	9253	240	9017	300	8787	360	8563	420	8344	480	8131

Часы 1

2

3

4

5

6

7

8

17

ΔT мин	п	ΔT мин	п	ΔT мин	п	ΔT мин	п	ΔT мин	п	ΔT мин	п	ΔT мин	п	ΔT мин	п
481	0,8127	541	0,7920	601	0,7718	661	0,7521	721	0,7329	781	0,7142	841	0,6959	901	0,6782
482	8124	542	7917	602	7214	662	7517	722	7325	782	7138	842	6956	902	6779
483	8120	543	7913	603	7711	663	7514	723	7322	783	7135	843	6953	903	6776
484	8117	544	7910	604	7708	664	7511	724	7319	784	7132	844	6950	904	6773
485	8113	545	7906	605	7704	665	7508	725	7316	785	7129	845	6947	905	6770
486	8110	546	7903	606	7701	666	7504	726	7313	786	7126	846	6944	906	6767
487	8106	547	7899	607	7698	667	7501	727	7310	787	7123	847	6941	907	6764
488	8103	548	7896	608	7694	668	7498	728	7307	788	7120	848	6938	908	6761
489	8099	549	7893	609	7691	669	7495	729	7303	789	7117	849	6935	909	6758
490	8096	550	7889	610	7688	670	7492	730	7300	790	7114	850	6932	910	6755
491	8092	551	7886	611	7685	671	7488	731	7297	791	7111	851	6929	911	6752
492	8089	552	7882	612	7681	672	7485	732	7294	792	7108	852	6926	912	6749
493	8085	553	7879	613	7678	673	7482	733	7291	793	7105	853	6923	913	6747
494	8082	554	7876	614	7675	674	7479	734	7288	794	7102	854	6920	914	6744
495	8079	555	7872	615	7671	675	7475	735	7285	795	7099	855	6917	915	6741
496	8075	556	7869	616	7668	676	7472	736	7281	796	7095	856	6914	916	6738
497	8072	557	7865	617	7665	677	7469	737	7278	797	7092	857	6911	917	6735
498	8068	558	7862	618	7661	678	7466	738	7275	798	7089	858	6908	918	6732
499	8065	559	7859	619	7658	679	7463	739	7272	799	7086	859	6905	919	6729
500	8061	560	7855	620	7655	680	7459	740	7269	800	7083	860	6902	920	6726
501	8058	561	7852	621	7651	681	7456	741	7266	801	7080	861	6899	921	6723
502	8054	562	7849	622	7648	682	7453	742	7263	802	7077	862	6896	922	6720
503	8051	563	7845	623	7645	683	7450	743	7259	803	7074	863	6893	923	6717
504	8047	564	7842	624	7642	684	7446	744	7256	804	7071	864	6891	924	6715
505	8044	565	7838	625	7638	685	7443	745	7253	805	7068	865	6888	925	6712
506	8040	566	7835	626	7635	686	7440	746	7250	806	7065	866	6885	926	6709
507	8037	567	7832	627	7632	687	7437	747	7247	807	7062	867	6882	927	6706
508	8033	568	7828	628	7628	688	7434	748	7244	808	7059	868	6879	928	6703
509	8030	569	7825	629	7525	689	7430	749	7241	809	7056	869	6876	929	6700
510	8026	570	7822	630	7622	690	7427	750	7238	810	7053	870	6873	930	6697
511	8023	571	7818	631	7619	691	7424	751	7234	811	7050	871	6870	931	6694
512	8020	572	7815	632	7615	692	7421	752	7231	812	7047	872	6867	932	6691
513	8016	573	7811	633	7612	693	7418	753	7228	813	7044	873	6864	933	6688
514	8013	574	7808	634	7609	694	7414	754	7225	814	7041	874	7861	934	6686
515	8009	575	7805	635	7605	695	7411	755	7222	815	7038	875	6858	935	6683
516	8006	576	7801	636	7602	696	7408	756	7219	816	7035	876	6855	936	6680
517	8002	577	7798	637	7599	697	7405	757	7216	817	7032	877	6852	937	6677
518	7999	578	7795	638	7596	698	7402	758	7213	818	7029	878	6849	938	6674
519	7995	579	7791	639	7592	699	7398	759	7210	819	7025	879	6946	939	6671
520	7992	580	7788	640	7589	700	7395	760	7206	820	7022	880	6843	940	6668
521	7988	581	7785	641	7586	701	7392	761	7203	821	7019	881	6840	941	6666
522	7985	582	7781	642	7583	702	7389	762	7200	822	7016	882	6837	942	6663
523	7982	583	7778	643	7579	703	7386	763	7197	823	7013	883	6834	943	6660
524	7978	584	7774	644	7576	704	7383	764	7194	824	7010	884	6831	944	6657
525	7975	585	7771	645	7373	705	7379	765	7191	825	7007	885	6828	945	6654
526	7971	586	7768	646	7369	706	7376	766	7188	826	7004	886	6825	946	6651
527	7968	587	7764	647	7566	707	7373	767	7185	827	7001	887	6823	947	6648
528	7964	588	7761	648	7563	708	7370	768	7182	828	6998	888	6820	948	6645
529	7961	589	7758	649	7560	709	7367	769	7179	829	6996	889	6817	949	6643
530	7958	590	7754	650	7556	710	7363	770	7175	830	6992	890	6814	950	6640
531	7954	591	7751	651	7553	711	7360	771	7172	831	6989	891	6811	951	6637
532	7951	592	7748	652	7550	712	7357	772	7169	832	6986	892	6808	952	6634
533	7947	593	7744	653	7547	713	7354	773	7166	833	6983	893	6805	953	6631
534	7944	594	7741	654	7543	714	7351	774	7163	834	6980	894	6802	954	6628
535	7940	595	7738	655	7540	715	7348	775	7160	835	6977	895	6799	955	6625
536	7937	596	7734	656	7537	716	7344	776	7157	836	6974	896	6796	956	6623
537	7934	597	7731	657	7534	717	7341	777	7154	837	6971	897	6793	957	6620
538	7930	598	7728	658	7530	718	7338	778	7151	838	6968	898	6790	958	6617
539	7927	599	7724	659	7527	719	7335	779	7148	839	6965	899	6787	959	6614
540	7923	600	7721	700	7524	720	7332	780	7145	840	6962	900	6784	960	6611
всего	9		10		11		12		13		14		15		16

ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η
961	0,6608	1021	0,6440	1081	0,6275	1141	0,6115	1201	0,5959	1261	0,5807	1321	0,5658	1381	0,5514
962	6606	1022	6437	1082	6273	1142	0,6112	1202	5956	1262	5804	1322	0,5656	1382	5512
963	6603	1023	6434	1083	6270	1143	6110	1203	5954	1263	5802	1323	5654	1383	5509
964	6600	1024	6431	1084	6267	1144	6107	1204	5951	1264	5799	1324	5651	1384	5507
965	6597	1025	6429	1085	6264	1145	6104	1205	5949	1265	5797	1325	5649	1385	5504
966	6594	1026	6426	1086	6262	1146	6102	1206	5946	1266	5794	1326	5646	1386	5502
967	6591	1027	6423	1087	6259	1147	6099	1207	5943	1267	5792	1327	5644	1387	5500
968	6588	1028	6420	1088	6256	1148	6097	1208	5941	1268	5789	1328	5641	1388	5497
969	6586	1029	6417	1089	6254	1149	6094	1209	5938	1269	5787	1329	5639	1389	5495
970	6583	1030	6415	1090	6251	1150	6091	1210	5936	1270	5784	1330	5637	1390	6493
971	6580	1031	6412	1091	6248	1151	6089	1211	5933	1271	5782	1331	5634	1391	5490
972	6577	1032	6409	1092	6246	1152	6086	1212	5931	1272	5779	1332	5632	1392	5488
973	6574	1033	6406	1093	6243	1153	6083	1213	5928	1273	5777	1333	5629	1393	5486
974	6571	1034	6404	1094	6240	1154	6081	1214	5926	1274	5774	1334	5627	1394	5483
975	6569	1035	6401	1095	6237	1155	6078	1215	5923	1275	5772	1335	5624	1395	5481
976	6566	1036	6398	1096	6235	1156	6076	1216	5920	1276	5769	1336	5622	1396	5478
977	6563	1037	6395	1097	6232	1157	6073	1217	5918	1277	5767	1337	5620	1397	5476
978	6560	1038	6393	1098	6229	1158	6070	1218	5915	1278	5764	1338	5617	1398	5474
979	6557	1039	6390	1099	6227	1159	6068	1219	5913	1279	5762	1339	5615	1399	5471
980	6554	1040	6387	1100	6224	1160	6065	1220	5910	1280	5759	1340	5612	1400	5469
981	6552	1041	6384	1101	6121	1161	6063	1221	5908	1281	5757	1341	5610	1401	5467
982	6549	1042	6382	1102	6219	1162	6060	1222	5905	1282	5754	1342	5607	1402	5464
983	6546	1043	6379	1103	6216	1163	6057	1223	5903	1283	5752	1343	5605	1403	5462
984	6543	1044	6376	1104	6213	1164	6055	1224	5900	1284	5749	1344	5603	1404	5460
985	6540	1045	6373	1105	6211	1165	6052	1225	5898	1285	5747	1345	5600	1405	5457
986	6538	1046	6371	1106	6208	1166	6049	1226	5895	1286	5744	1346	5598	1406	5455
987	6535	1047	6368	1107	6205	1167	6047	1227	5892	1287	5742	1347	5595	1407	5453
988	6532	1048	6365	1108	6203	1168	6044	1228	5890	1288	5740	1348	5593	1408	5450
989	6529	1049	6362	1109	6200	1169	6042	1229	5887	1289	5737	1349	5591	1409	5448
990	6526	1050	6360	1110	6197	1170	6039	1230	5885	1290	5735	1350	5588	1410	5445
991	6523	1051	6357	1111	6195	1171	6036	1231	5882	1291	5732	1351	5586	1411	5443
992	6521	1052	6354	1112	6192	1172	6034	1232	5880	1292	5730	1352	5583	1412	5441
993	6518	1053	6351	1113	6189	1173	6031	1233	5877	1293	5727	1353	5581	1413	5438
994	6515	1054	6349	1114	6187	1174	6029	1234	5875	1294	5725	1354	5579	1414	5436
995	6512	1055	6346	1115	6184	1175	6026	1235	5872	1295	5722	1355	5576	1415	5434
996	6509	1056	6343	1116	6181	1176	6023	1236	5870	1296	5720	1356	5574	1416	5431
997	6507	1057	6340	1117	6179	1177	6021	1237	5867	1297	5717	1357	5571	1417	5429
998	6504	1058	6338	1118	6176	1178	6018	1238	5865	1298	5715	1358	5569	1418	5427
999	6501	1059	6335	1119	6173	1179	6016	1239	5862	1299	5712	1359	5567	1419	5424
1000	6498	1060	6332	1120	6171	1180	6013	1240	5860	1300	5710	1360	5564	1420	5422
1001	6495	1061	6330	1121	6168	1181	6010	1241	5857	1301	5707	1361	5562	1421	5420
1002	6493	1062	6327	1122	6165	1182	6008	1242	5854	1302	5705	1362	5559	1422	5417
1003	6490	1063	6324	1123	6163	1183	6005	1243	5852	1303	5703	1363	5557	1423	5415
1004	6487	1064	6321	1124	6160	1184	6003	1244	5849	1304	5700	1364	5555	1424	5413
1005	6484	1065	6319	1125	6157	1185	6000	1245	5847	1305	5698	1365	5552	1425	5410
1006	6481	1066	6316	1126	6155	1186	5998	1246	5844	1306	5695	1366	5550	1426	5408
1007	6479	1067	6313	1127	6152	1187	5995	1247	5842	1307	5693	1367	5547	1427	5406
1008	6476	1068	6310	1128	6149	1188	5992	1248	5839	1308	5690	1368	5545	1428	5403
1009	6473	1069	6308	1129	6147	1189	5990	1249	5837	1309	5688	1369	5543	1429	5401
1010	6470	1070	6305	1130	6144	1190	5987	1250	5834	1310	5685	1370	5540	1430	5399
1011	6467	1071	6302	1131	6141	1191	5985	1251	5832	1311	5683	1371	5538	1431	5396
1012	6465	1072	6300	1132	6139	1192	5982	1252	5829	1312	5680	1372	5535	1432	5394
1013	6462	1073	6297	1133	6136	1193	5979	1253	5827	1313	5678	1373	5533	1433	5392
1014	6459	1074	6294	1134	6133	1194	5977	1254	5824	1314	5676	1374	5531	1434	5389
1015	6456	1075	6291	1135	6131	1195	5974	1255	5822	1315	5673	1375	5528	1435	5387
1016	6454	1076	6289	1136	6128	1196	5972	1256	5819	1316	5671	1376	5526	1436	5385
1017	6451	1077	6286	1137	6126	1197	5969	1257	5817	1317	5668	1377	5524	1437	5382
1018	6448	1078	6283	1138	6123	1198	5967	1258	5814	1318	5666	1378	5521	1438	5380
1019	6446	1079	6281	1139	6120	1199	5964	1259	5812	1319	5663	1379	5519	1439	5378
1020	6442	1080	6278	1140	6118	1200	5961	1260	5809	1320	5661	1380	5516	1440	5376
Числ	17	18	19	20	21	22	23	24							

Поправки на распад сурьмы-122 ($T_{1/2} = 65,76$ час.)

Таблица 7

ΔT мин	n	ΔT мин	n	ΔT мин	n	ΔT мин	n	ΔT мин	n	ΔT мин	n	ΔT мин	n	ΔT мин	n
I	0,9998	61	0,9893	I21	0,9790	I81	0,9687	241	0,9585	301	0,9485	361	0,9386	421	0,9287
2	9996	62	9892	I22	9788	I82	9685	242	9584	302	9483	362	9384	422	9286
3	9995	63	9890	I23	9786	I83	9684	243	9582	303	9482	363	9382	423	9284
4	9993	64	9888	I24	9785	I84	9682	244	9580	304	9480	364	9381	424	9282
5	9991	65	9886	I25	9783	I85	9680	245	9579	305	9478	365	9379	425	9281
6	9989	66	9885	I26	9781	I86	9679	246	9577	306	9477	366	9377	426	9279
7	9988	67	9883	I27	9779	I87	9677	247	9575	307	9475	367	9376	427	9277
8	9986	68	9881	I28	9778	I88	9675	248	9574	308	9473	368	9374	428	9276
9	9984	69	9880	I29	9776	I89	9673	249	9572	309	9472	369	9372	429	9274
10	9982	70	9878	I30	9774	I90	9672	250	9570	310	9470	370	9371	430	9272
II	9981	71	9876	I31	9772	I91	9670	251	9569	311	9468	371	9369	431	9271
I2	9979	72	9874	I32	9771	I92	9668	252	9567	312	9467	372	9367	432	9269
I3	9977	73	9873	I33	9769	I93	9667	253	9565	313	9465	373	9366	433	9268
I4	9975	74	9871	I34	9767	I94	9665	254	9564	314	9463	374	9364	434	9266
I5	9974	75	9869	I35	9766	I95	9663	255	9562	315	9462	375	9362	435	9264
I6	9972	76	9867	I36	9764	I96	9662	256	9560	316	9460	376	9361	436	9263
I7	9970	77	9866	I37	9762	I97	9660	257	9559	317	9458	377	9359	437	9261
I8	9968	78	9864	I38	9760	I98	9658	258	9557	318	9457	378	9357	438	9259
I9	9967	79	9862	I39	9759	I99	9656	259	9555	319	9455	379	9356	439	9258
20	9965	80	9860	I40	9757	200	9655	260	9554	320	9453	380	9354	440	9256
21	9963	81	9859	I41	9755	201	9653	261	9552	321	9452	381	9353	441	9255
22	9961	82	9857	I42	9754	202	9651	262	9550	322	9450	382	9351	442	9253
23	9960	83	9855	I43	9752	203	9650	263	9548	323	9448	383	9349	443	9251
24	9958	84	9854	I44	9750	204	9648	264	9547	324	9447	384	9348	444	9250
25	9956	85	9852	I45	9748	205	9646	265	9545	325	9445	385	9346	445	9248
26	9954	86	9850	I46	9747	206	9645	266	9543	326	9443	386	9344	446	9246
27	9953	87	9848	I47	9745	207	9643	267	9542	327	9442	387	9343	447	9245
28	9951	88	9847	I48	9743	208	9641	268	9540	328	9440	388	9341	448	9243
29	9949	89	9845	I49	9742	209	9639	269	9538	329	9438	389	9339	449	9241
30	9947	90	9843	I50	9740	210	9638	270	9537	330	9437	390	9338	450	9240
31	9946	91	9841	I51	9738	211	9636	271	9535	331	9435	391	9336	451	9238
32	9944	92	9840	I52	9737	212	9634	272	9533	332	9433	392	9335	452	9237
33	9942	93	9838	I53	9735	213	9633	273	9532	333	9432	393	9333	453	9235
34	9940	94	9836	I54	9733	214	9631	274	9530	334	9430	394	9331	454	9233
35	9939	95	9834	I55	9731	215	9629	275	9528	335	9428	395	9330	455	9232
36	9937	96	9833	I56	9730	216	9628	276	9527	336	9427	396	9328	456	9230
37	9935	97	9831	I57	9728	217	9626	277	9525	337	9425	397	9326	457	9228
38	9933	98	9829	I58	9726	218	9624	278	9523	338	9424	398	9325	458	9227
39	9932	99	9828	I59	9725	219	9623	279	9522	339	9422	399	9323	459	9225
40	9930	I00	9826	I60	9723	220	9621	280	9520	340	9420	400	9321	460	9224
41	9928	I01	9824	I61	9721	221	9619	281	9518	341	9419	401	9320	461	9222
42	9926	I02	9822	I62	9719	222	9618	282	9517	342	9417	402	9318	462	9220
43	9925	I03	9821	I63	9718	223	9616	283	9515	343	9415	403	9317	463	9219
44	9923	I04	9819	I64	9716	224	9614	284	9513	344	9414	404	9315	464	9217
45	9921	I05	9817	I65	9714	225	9612	285	9512	345	9412	405	9313	465	9216
46	9920	I06	9816	I66	9713	226	9611	286	9510	346	9410	406	9312	466	9214
47	9918	I07	9814	I67	9711	227	9609	287	9508	347	9409	407	9310	467	9211
48	9916	I08	9812	I68	9709	228	9607	288	9507	348	9407	408	9308	468	9210
49	9914	I09	9810	I69	9707	229	9606	289	9505	349	9405	409	9307	469	9209
50	9913	I10	9809	I70	9706	230	9604	290	9503	350	9404	410	9305	470	9207
51	9911	I11	9807	I71	9704	231	9602	291	9502	351	9402	411	9303	471	9206
52	9909	I12	9805	I72	9702	232	9601	292	9500	352	9400	412	9302	472	9204
53	9907	I13	9803	I73	9701	233	9599	293	9498	353	9399	413	9300	473	9203
54	9906	I14	9802	I74	9699	234	9597	294	9497	354	9397	414	9299	474	9201
55	9904	I15	9800	I75	9697	235	9596	295	9495	355	9395	415	9297	475	9191
56	9902	I16	9798	I76	9696	236	9594	296	9493	356	9394	416	9296	476	9190
57	9900	I17	9797	I77	9694	237	9592	297	9492	357	9392	417	9294	477	9196
58	9899	I18	9795	I78	9692	238	9591	298	9490	358	9390	418	9292	478	9195
59	9897	I19	9793	I79	9690	239	9589	299	9488	359	9389	419	9291	479	9193
60	9895	I20	9791	I80	9689	240	9587	300	9487	360	9387	420	9289	480	9191

ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η
481	0,9190	541	0,9093	601	0,8998	661	0,8904	721	0,8810	781	0,8718	841	0,8627	901	0,8536
482	9188	542	9092	602	8996	662	8902	722	0,8809	782	8716	842	8625	902	8535
483	9186	543	9090	603	8995	663	8901	723	0,8807	783	8715	843	8623	903	8533
484	9185	544	9089	604	8993	664	8899	724	0,8806	784	8713	844	8622	904	8532
485	9183	545	9087	605	8992	665	8898	725	8804	785	8712	845	8620	905	8530
486	9182	546	9085	606	8990	666	8896	726	8802	786	8710	846	8619	906	8529
487	9180	547	9084	607	8989	667	8894	727	8801	787	8709	847	8617	907	8527
488	9178	548	9082	608	8987	668	8893	728	8799	788	8707	848	8616	908	8526
489	9177	549	9081	609	8985	669	8891	729	8798	789	8706	849	8614	909	8524
490	9175	550	9079	610	8984	670	8890	730	8796	790	8704	850	8613	910	8523
491	9174	551	9077	611	8982	671	8888	731	8795	791	8703	851	8611	911	8521
492	9172	552	9076	612	8981	672	8886	732	8793	792	8701	852	8610	912	8520
493	9170	553	9074	613	8979	673	8885	733	8792	793	8700	853	8608	913	8518
494	9169	554	9073	614	8977	674	8883	734	8790	794	8698	854	8607	914	8517
495	9167	555	9071	615	8976	675	8882	735	8789	795	8697	855	8605	915	8515
496	9166	556	9069	616	8974	676	8880	736	8787	796	8695	856	8604	916	8514
497	9164	557	9068	617	8973	677	8879	737	8786	797	8693	857	8602	917	8512
498	9162	558	9066	618	8971	678	8877	738	8784	798	8692	858	8601	918	8511
499	9161	559	9065	619	8970	679	8876	739	8782	799	8690	859	8599	919	8509
500	9159	560	9063	620	8968	680	8874	740	8781	800	8689	860	8598	920	8508
501	9157	561	9061	621	8966	681	8872	741	8779	801	8687	861	8596	921	8506
502	9156	562	9060	622	8965	682	8871	742	8778	802	8686	862	8595	922	8505
503	9154	563	9058	623	8963	683	8869	743	8776	803	8684	863	8593	923	8503
504	9153	564	9057	624	8962	684	8868	744	8775	804	8683	864	8592	924	8502
505	9151	565	9055	625	8960	685	8866	745	8773	805	8681	865	8590	925	8500
506	9149	566	9054	626	8959	686	8865	746	8772	806	8680	866	8589	926	8499
507	9148	567	9052	627	8957	687	8863	747	8770	807	8678	867	8587	927	8497
508	9146	568	9050	628	8955	688	8862	748	8769	808	8677	868	8586	928	8496
509	9145	569	9049	629	8954	689	8860	749	8767	809	8675	869	8584	929	8494
510	9143	570	9047	630	8952	690	8858	750	8766	810	8674	870	8583	930	8493
511	9141	571	9046	631	8951	691	8857	751	8764	811	8672	871	8581	931	8491
512	9140	572	9044	632	8949	692	8855	752	8762	812	8671	872	8580	932	8490
513	9138	573	9042	633	8948	693	8854	753	8761	813	8669	873	8578	933	8488
514	9137	574	9041	634	8946	694	8852	754	8759	814	8668	874	8577	934	8487
515	9135	575	9039	635	8944	695	8851	755	8758	815	8666	875	8575	935	8485
516	9133	576	9038	636	8943	696	8849	756	8756	816	8664	876	8574	936	8484
517	9132	577	9036	637	8941	697	8848	757	8755	817	8663	877	8572	937	8482
518	9130	578	9034	638	8940	698	8846	758	8753	818	8661	878	8571	938	8481
519	9129	579	9033	639	8938	699	8844	759	8752	819	8660	879	8569	939	8479
520	9127	580	9031	640	8937	700	8843	760	8750	820	8658	880	8568	940	8478
521	9125	581	9030	641	8935	701	8841	761	8749	821	8657	881	8566	941	8476
522	9124	582	9028	642	8933	702	8840	762	8747	822	8655	882	8565	942	8475
523	9122	583	9027	643	8932	703	8838	763	8746	823	8654	883	8563	943	8473
524	9121	584	9025	644	8930	704	8837	764	8744	824	8652	884	8562	944	8472
525	9119	585	9023	645	8929	705	8835	765	8742	825	8651	885	8560	945	8470
526	9117	586	9022	646	8927	706	8834	766	8741	826	8649	886	8559	946	8469
527	9116	587	9020	647	8926	707	8832	767	8739	827	8648	887	8557	947	8467
528	9114	588	9019	648	8924	708	8830	768	8738	828	8646	888	8556	948	8466
529	9113	589	9017	649	8922	709	8829	769	8736	829	8645	889	8554	949	8464
530	9111	590	9015	650	8921	710	8827	770	8735	830	8643	890	8553	950	8463
531	9109	591	9014	651	8919	711	8826	771	8733	831	8642	891	8551	951	8461
532	9108	592	9012	652	8918	712	8824	772	8732	832	8640	892	8550	952	8460
533	9106	593	9011	653	8916	713	8823	773	8730	833	8639	893	8548	953	8458
534	9105	594	9009	654	8915	714	8821	774	8729	834	8637	894	8547	954	8457
535	9103	595	9008	655	8913	715	8820	775	8727	835	8636	895	8545	955	8455
536	9101	596	9006	656	8911	716	8818	776	8726	836	8634	896	8544	956	8454
537	9100	597	9004	657	8910	717	8817	777	8724	837	8633	897	8542	957	8453
538	9098	598	9003	658	8908	718	8815	778	8723	838	8631	898	8541	958	8451
539	9097	599	9001	659	8907	719	8813	779	8721	839	8630	899	8539	959	8450
540	9095	600	9000	660	8905	720	8812	780	8719	840	8628	900	8538	960	8448
Час	9	10		11		12		13		14		15		16	

ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η	ΔT мин	η
961	0,8447	1021	0,8358	1081	0,8270	1141	0,8184	1201	0,8098	1261	0,8013	1321	0,7929	1381	0,7846
962	8445	1022	8357	1082	8269	1142	8182	1202	8096	1262	8012	1322	7928	1382	7844
963	8444	1023	8355	1083	8267	1143	8181	1203	8095	1263	8010	1323	7926	1383	7843
964	8442	1024	8354	1084	8266	1144	8179	1204	8094	1264	8009	1324	7925	1384	7842
965	8441	1025	8352	1085	8265	1145	8178	1205	8092	1265	8007	1325	7923	1385	7840
966	8439	1026	8351	1086	8263	1146	8176	1206	8091	1266	8006	1326	7922	1386	7839
967	8438	1027	8349	1087	8262	1147	8175	1207	8089	1267	8004	1327	7921	1387	7938
968	8436	1028	8348	1088	8260	1148	8174	1208	8088	1268	8003	1328	7919	1388	7836
969	8435	1029	8346	1089	8259	1149	8172	1209	8086	1269	8002	1329	7918	1389	7835
970	8433	1030	8345	1090	8257	1150	8171	1210	8085	1270	8000	1330	7916	1390	7833
971	8432	1031	8343	1091	8256	1151	8169	1211	8084	1271	7999	1331	7915	1391	7832
972	8430	1032	8342	1092	8254	1152	8168	1212	8082	1272	7997	1332	7914	1392	7831
973	8429	1033	8340	1093	8253	1153	8166	1213	8081	1273	7996	1333	7912	1393	7829
974	8427	1034	8339	1094	8252	1154	8165	1214	8079	1274	7995	1334	7911	1394	7828
975	8426	1035	8337	1095	8250	1155	8164	1215	8078	1275	7993	1335	7909	1395	7827
976	8424	1036	8336	1096	8249	1156	8162	1216	8077	1276	7992	1336	7908	1396	7826
977	8423	1037	8335	1097	8247	1157	8161	1217	8075	1277	7990	1337	7907	1397	7824
978	8421	1038	8333	1098	8246	1158	8159	1218	8074	1278	7989	1338	7905	1398	7822
979	8420	1039	8332	1099	8244	1159	8158	1219	8072	1279	7988	1339	7904	1399	7821
980	8418	1040	8330	1100	8243	1160	8156	1220	8071	1280	7986	1340	7903	1400	7820
981	8417	1041	8329	1101	8241	1161	8155	1221	8069	1281	7985	1341	7901	1401	7818
982	8415	1042	8327	1102	8240	1162	8154	1222	8068	1282	7983	1342	7900	1402	7817
983	8414	1043	8326	1103	8238	1163	8152	1223	8067	1283	7982	1343	7898	1403	7816
984	8413	1044	8324	1104	8237	1164	8151	1224	8065	1284	7981	1344	7997	1404	7814
985	8411	1045	8323	1105	8236	1165	8149	1225	8064	1285	7979	1345	7896	1405	7813
986	8410	1046	8321	1106	8234	1166	8148	1226	8062	1286	7978	1346	7894	1406	7811
987	8409	1047	8320	1107	8233	1167	8146	1227	8061	1287	7976	1347	7893	1407	7810
988	8407	1048	8318	1108	8231	1168	8145	1228	8060	1288	7975	1348	7891	1408	7809
989	8405	1049	8317	1109	8230	1169	8143	1229	8058	1289	7974	1349	7890	1409	7807
990	8404	1050	8316	1110	8228	1170	8142	1230	8057	1290	7972	1350	7889	1410	7806
991	8402	1051	8314	1111	8227	1171	8141	1231	8055	1291	7971	1351	7887	1411	7805
992	8401	1052	8313	1112	8225	1172	8139	1232	8054	1292	7969	1352	7886	1412	7803
993	8399	1053	8311	1113	8224	1173	8138	1233	8052	1293	7968	1353	7884	1413	7802
994	8398	1054	8310	1114	8223	1174	8136	1234	8051	1294	7967	1354	7883	1414	7800
995	8396	1055	8308	1115	8221	1175	8135	1235	8050	1295	7965	1355	7882	1415	7799
996	8395	1056	8307	1116	8220	1176	8133	1236	8048	1296	7964	1356	7880	1416	7798
997	8393	1057	8305	1117	8218	1177	8132	1237	8047	1297	7962	1357	7879	1417	7796
998	8392	1058	8304	1118	8217	1178	8131	1238	8045	1298	7961	1358	7878	1418	7795
999	8390	1059	8302	1119	8215	1179	8129	1239	8044	1299	7960	1359	7876	1419	7794
1000	8389	1060	8301	1120	8214	1180	8128	1240	8043	1300	7958	1360	7875	1420	7792
1001	8387	1061	8299	1121	8212	1181	8126	1241	8041	1301	7957	1361	7873	1421	7791
1002	8386	1062	8298	1122	8211	1182	8125	1242	8040	1302	7955	1362	7872	1422	7789
1003	8384	1063	8297	1123	8210	1183	8123	1243	8038	1303	7954	1363	7871	1423	7788
1004	8383	1064	8295	1124	8208	1184	8122	1244	8037	1304	7953	1364	7869	1424	7787
1005	8382	1065	8294	1125	8207	1185	8121	1245	8035	1305	7951	1365	7868	1425	7785
1006	8380	1066	8292	1126	8205	1186	8119	1246	8034	1306	7950	1366	7866	1426	7784
1007	8379	1067	8291	1127	8204	1187	8118	1247	8033	1307	7948	1367	7865	1427	7783
1008	8377	1068	8289	1128	8202	1188	8116	1248	8031	1308	7947	1368	7864	1428	7781
1009	8376	1069	8288	1129	8201	1189	8115	1249	8030	1309	7946	1369	7862	1429	7780
1000	8374	1070	8286	1130	8199	1190	8114	1250	8028	1310	7944	1370	7861	1430	7779
1011	8373	1071	8285	1131	8198	1191	8112	1251	8027	1311	7943	1371	7860	1431	7777
1012	8371	1072	8283	1132	8197	1192	8111	1252	8026	1312	7941	1372	7858	1432	7776
1013	8370	1073	8282	1133	8196	1193	8109	1253	8024	1313	7940	1373	7857	1433	7774
1014	8368	1074	8281	1134	8194	1194	8108	1254	8023	1314	7939	1374	7855	1434	7773
1015	8367	1075	8279	1135	8192	1195	8106	1255	8021	1315	7937	1375	7854	1435	7772
1016	8365	1076	8278	1136	8191	1196	8105	1256	8020	1316	7936	1376	7853	1436	7770
1017	8364	1077	8276	1137	8189	1197	8104	1257	8019	1317	7934	1377	7851	1437	7769
1018	8362	1078	8275	1138	8188	1198	8102	1258	8017	1318	7933	1378	7850	1438	7768
1019	8361	1079	8273	1139	8187	1199	8101	1259	8016	1319	7932	1379	7849	1439	7766
1020	8359	1080	8271	1140	8185	1200	8099	1260	8014	1320	7930	1380	7947	1440	7765

Числа 17 18 19 20 21 22 23 24

Техника безопасности

При перевозке радиоактивных проб и при работе с радиоактивными веществами следует руководствоваться соответствующими инструкциями 7,8,9.

Литература

1. Атлас нейтронных сечений. Атомиздат, 1969.
2. Дзелепов Б.С., Пекер Л.К. Схема распада радиоактивных ядер. Изд. "Наука", М.-Л., 1966.
3. Дзелепов Б.С., Пекер Л.К., Сергеев В.О. Схема распада радиоактивных ядер. Изд. АН СССР, М.-Л., 1963.
4. Инструкция пользования весами торсионными марки ВТ, 1970.
5. "Методы количественного анализа минерального сырья". вып. I3, М., ВИМС, 1971, стр. I6.
6. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ, М., ВИМС, 1975.
7. Нормы радиационной безопасности НРБ 69 № 82I-A-69. Атомиздат, 1972.
8. Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений. ОСП-72, М., Атомиздат, I, 1973.
9. Правила безопасности при транспортировании радиоактивных веществ (ПБТРВ-73), М., Атомиздат, 1974.
10. Файнберг С.Ю., Филиппова Н.А. Анализ руд цветных металлов. М., Гос. научно-техн. изд-во литературы по черной и цветной металлургии, 1963.
- II. Fischer W., Harre W. Angew. Chem. 66, 165, 1954.

Изъятие из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52-X } № 53-X }	№ 103-X
№ 92-X	№ 113-X
№ 90-X	№ 115-X
№ 9-ЯФ	№ 116-ЯФ
№ 13-X	№ 119-X
№ 107-С	№ 141-С
№ 8-С	№ 150-С
№ 95-ЯФ	№ 158-ЯФ
№ 69-X	№ 163-X
№ 78-X	№ 174-X

Заказ № 256. Л-69864. Подписано к печати 23/Х-80г.
Объем 1,8 уч.-изд.л. Тираж 450

Ротапринт СЭП ВММСа

ВНЕСЕНО
Научным советом по
аналитическим методам
I. XII. 1974г.

"УТВЕРЖДАЮ"
Начальник управления научно-
исследовательских организаций
Мингео СССР, член коллегии
25 декабря 1974г. Н.П.ЛАВЕРОВ

К Л А С С И Ф И К А Ц И Я
ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Кате- гория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Коэффициент к допустимому среднеквадратич- ному отклоне- нию
К о л л е к т и в н ы й а н а л и з	I Особо точный анализ	Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения, регламентируемого инструкцией внутрилабораторного контроля ¹⁾ (см. Приложение)	0,33
	II Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 1,50\%$	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 1,50\%$	
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения	0,33
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения	I
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 0,80\%$	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 0,80\%$	
	III Анализ рядовых проб	Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
	IV Анализ технологических продуктов	Среднеквадратичные отклонения результатов определений могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	I-2
К о л л е к т и в н ы й а н а л и з	V Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
	VI Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
	VII Полуколичественный анализ		Воспроизводимость определения 4-10 цифр (интервалов) на один порядок исследований с доверительной вероятностью 68%
К о л л е к т и в н ы й а н а л и з	VIII Качественный анализ		Точность определения не нормируется

х) См. Методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", М. ВИС, 1975 г.