

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



Научный совет по аналитическим
методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 169-ЯФ

МЕДЬ

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 НСАМ "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 № 169-ЯФ

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ СПОСОБОМ СПЕКТРАЛЬНЫХ
ОТНОШЕНИЙ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)
Москва, 1980

В соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29 октября 1976 г. инструкция № 169-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 33 от 30 января 1979 г.)

Председатель НСАМ

Г.В.Остроумов

Председатель секции
ядерно-физических методов

А.Л.Якубович

Ученый секретарь

Р.С.Фридман

Инструкция № 169-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.76 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 38 от 30.I.79) и утверждена ВИАМСом с введением в действие с 1-апреля 1980 г.

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ СПОСОБОМ СПЕКТРАЛЬНЫХ ОТНОШЕНИЙ^{х/}

Сущность метода

Методика флуоресцентного рентгенорадиометрического определения меди способом спектральных отношений, разработанная Э.Г.Селютиним, И.И.Широкиим и Е.Я.Ивановым, заключается в измерении интенсивности характеристического излучения меди, возбуждаемого с помощью источника первичного гамма-излучения на основе изотопа кадмий-109 с энергией основной линии 22,2 кэВ.

Для регистрации рентгеновского излучения используют ксеноновый счетчик типа СИ ПР-3. Энергетическое разрешение детектора по линии меди должно быть не хуже 16%.

Медь определяют в насыщенных слоях способом спектральных отношений^{1,5,6}. За величину спектрального отношения принимают отношение числа импульсов, зарегистрированных в канале, настроенном на характеристическое излучение меди, к числу импульсов, зарегистрированных в канале рассеянного излучения.

Вследствие ограниченного разрешения детектора определению меди мешают железо, кобальт, никель, цинк, галлий, германий. Однако эти элементы за исключением железа содержатся в рудах, для которых рекомендуется настоящая методика, в незначительных количествах и поэтому практически не влияют на определение меди.

х/ Внесена Центральной лабораторией Читинского геологического управления.

Мешающее влияние железа обусловлено тем, что оно селективно поглощает характеристическое излучение меди. Кроме того, характеристическое излучение железа вносит свой вклад в интенсивность регистрируемого характеристического излучения меди. В присутствии железа получаются завышенные результаты: 20% железа эквивалентны 1% меди. Поэтому при анализе применяют контрольные пробы того же вещественного состава и с таким же содержанием железа, что и анализируемые пробы.

Методика рекомендуется для определения меди в окисленных, сульфидных борнит-халькопиритовых, халькопиритовых и сульфидных гидротаморогенных рудах при ее содержании от 0,05 до 5%. Основными компонентами этих руд являются: SiO_2 - 65-67%; Al_2O_3 - 10-12%; Cu - 0,2-3%; Fe_2O_3 - 3,5-4%; CaO - 2,5-4%; MgO - 0,75-1%; TiO_2 - 0,4-0,5%. В отдельных случаях могут быть отклонения: Cu - от сотых до 18%; Fe_2O_3 - 2-12%.

Таблица I

Допустимые² и фактические расхождения при
определении меди

Содержание меди, %	Допустимые расхождения % отн. (Д _{доп})	фактические рас- хождения, % отн. (Д _{эксп.})	Запас точ- ности (Д _{доп} /Д _{эксп})
2 - 4,99	10	9	1,1
1 - 1,99	14	10,9	1,3
0,5-0,99	20	14,7	1,4
0,2 - 0,499	30	20	1,5
0,1- 0,199	40	31	1,3
0,05 - 0,099	55	41	1,3

Аппаратура

1. Анализатор РРША-I с измерителем отношений скоростей счета или другая аппаратура аналогичного назначения ("Неиск", "Квант-С" и др.).

2. Радиоизотопный источник кадмий-109 активностью 5 мКи.

Ход анализа

Ежедневно перед началом измерений настраивают I канал прибора на энергию характеристического излучения меди по металлической пластине, II канал — на энергию однократно рассеянного излучения по "пустой" пробе. "Пустую" пробу готовят из породы, характерной для изучаемого геологического объекта, многократно проанализированной химическим методом и не содержащей меди.

Одновременно настраивают измеритель спектральных отношений таким образом, чтобы число импульсов рассеянного излучения (N_p) во II канале было постоянным. При этом продолжительность экспозиции должна составлять I—I,5 мин.

Затем прибор градуируют по контрольным пробам с известным содержанием меди. В качестве таких проб используют пробы руды изучаемого месторождения, истертые до 200 меш и неоднократно проанализированные химическим и рентгенорадиометрическим методами.

Навеску истертой до 200 меш пробы 15 г насыпают в кювету диаметром 70 мм и толщиной слоя 3 мм. Кювету вставляют в кассетодержатель и подают в штатив под окно детектора. Продолжительность измерения зависит от интенсивности рассеянного излучения и колеблется от одной (бедные руды) до двух (богатые руды) минут. По окончании измерения фиксируют число импульсов, зарегистрированных в I канале (N_x). При постоянном числе импульсов во II канале (N_p) число зарегистрированных импульсов в I канале (N_x) пропорционально величине спектрального отношения $\frac{N_x}{N_p}$.

Вычисление результатов определения

Содержание меди в исследуемых пробах ($C_{пр}$) вычисляют по формуле:

$$C_{пр} = K (N_{x_{пр}} - N_{ф}), \quad (I)$$

где $N_{ф}$ — число зарегистрированных в I канале импульсов при измерении "пустой" породы;
 $N_{x_{пр}}$ — число зарегистрированных в I канале импульсов при измерении анализируемой пробы;

K — коэффициент пропорциональности, определяемый по результатам анализа контрольных проб с известным содержанием меди ($C_{i_{\text{эт}}}$);

$$K = \frac{\sum_{i=1}^n C_{i_{\text{эт}}}}{\sum_{i=1}^n (N_{X_{\text{эт}}} - N_{\text{ф}})_i} \quad (2)$$

Формула (1) справедлива в случае прямой пропорциональной зависимости значения ($N_X - N_{\text{ф}}$) от содержания меди в пробе (C_{Cu}). Если такой зависимости не существует, содержание меди определяют по градуировочному графику.

Для построения графика используют пробы изучаемого геологического объекта, многократно проанализированные химическим методом и содержащие медь в диапазоне определяемых содержаний. Содержание железа в этих пробах должно соответствовать среднему содержанию железа в рудах данного геологического объекта.

Использование для построения графика проб, изготовленных из смеси химических реактивов, недопустимо.

Форма записи результатов и пример расчета даны в табл.2.

Таблица 2
Форма записи результатов и пример расчета

№ п/п	№ проб	N_X	$N_X - N_{\text{ф}}$	$C_{\text{Cu}}, \%$	Примечание
1.	Пустая проба	4136			
2.	Эталон № 1	6301	2165	0,11	
3.	— " — № 2	17566	13430	0,69	
4.	— " — № 3	55198	51062	2,57	
5.	— " — № 4	86796	82660	4,08	
6.	85536	7420	3284	0,16	
7.	85537	7977	3841	0,19	

$$K = \frac{0,11 + 0,69 + 2,57 + 4,08}{2165 + 13430 + 51062 + 82660} = 0,0000498$$

Проба № 85536: $C_{\text{Cu}} = 0,0000498 \cdot 3284 = 0,16\%$

Проба № 85537: $C_{\text{Cu}} = 0,0000498 \cdot 3841 = 0,19\%$

Техника безопасности

При выполнении анализа необходимо соблюдать правила техники безопасности, предусмотренные для работы с радиоактивными источниками ^{3,4}.

Литература

1. Леман Е.П. "Рентгенорадиометрический метод опробования месторождений цветных металлов". "Недра", Л., 1973.
2. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ. М., ВИМС, 1975.
3. Нормы радиационной безопасности (НРБ-76). Атомиздат, М., 1978.
4. Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений (ОСП-72). Атомиздат, 1973.
5. Плотников Р.И., Пшеничный Г.А. "Флуоресцентный рентгенорадиометрический анализ". Атомиздат, 1973.
6. Якубович А.Л., Зайцев Е.И., Прихлятовский С.М. "Ядерно-физические методы анализа минерального сырья". Атомиздат, М., 1973.

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

Исходный № 100-100

Заказ № 114, Л-69423. Подпись 28/7-80 г.

Объем 0,7 ул.-зад.л. Тираж 500

Репродукция СОН НРМ

Мингетех.
Научный совет по
аналитическим методам
1.12.1974г.

Начальник управления научно-
исследовательских организаций
Мингетех СССР, член коллегии
25 декабря 1974г. Ч.П.ЛАВЕРОВ

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

Категория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Коэффициент в допустимому среднеквадратичному отклонению
I	Особо точный анализ	Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения, регламентируемого инструкцией внутрилабораторного контроля (см. Приложение)	0,33
	II Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	-
		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	1
II	Анализ рудовых проб	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 технологических продуктов	Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	1
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	1-2
III	Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
	IV Анализ рудовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
IV	Полуколичественный анализ		Воспроизводимость определения 4-10 цифр (интервалов) на один порядок содержания с доверительной вероятностью 68%
IV	Качественный анализ		Точность определения не нормируется

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