

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



Научный совет по аналитическим
методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 154-ЯФ

АЛЮМИНИЙ И КРЕМНИЙ

Москва
1978

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 № 154-ЯФ**

**АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ И
КРЕМНИЯ В ПРОБАХ АЛЮМИНИЕВЫХ РУД И
АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ ПОРОД С ПОМОЩЬЮ
ГЕНЕРАТОРА БЫСТРЫХ НЕЙТРОНОВ**

**Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)
Москва, 1978**

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от
18 мая 1964 г. инструкция № 154-ЯФ рассмотрена и рекомендо-
вана Научным советом по аналитическим методам к применению
для анализа рядовых проб – III категория.

(Протокол № 28 от 19 января 1976 г.)

Председатель НСАМ

Г.В.Остроумов

Председатель секции ядерно-
физических методов

А.Л.Якубович

Ученый секретарь

Р.С.Фридман

Инструкция № 154-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Госгеокома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 28 от 19.1.76г.) и утверждена ВИМСом с введением в действие с

АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ И КРЕМНИЯ В ПРОБАХ АЛЮМИНИЕВЫХ РУД И АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ ПОРОД С ПОМОЩЬЮ ГЕНЕРАТОРА БЫСТРЫХ НЕЙТРОНОВ^{x)}

Сущность метода

Нейтронно-активационная методика определения алюминия и кремния с помощью генератора быстрых нейтронов, разработанная В.А.Касаткиным, Ю.Г.Чулановым и Д.И.Лейпунской, заключается в облучении исследуемых проб потоком нейтронов с энергией 14 МэВ и в измерении интенсивности гамма-излучения радиоактивных изотопов ^{27}Mg и ^{28}Al , образующихся по реакциям (n, p) при активации стабильных изотопов алюминия и кремния (табл. I).

При этом используют режим кратковременных облучений (менее 5 мин.), благоприятный для избирательной активации алюминия и кремния.

Порошковые пробы (20–25 г) помещают в плотно закрывающиеся полиэтиленовые ампулы (контейнеры), взвешивают и облучают нейtronами вблизи мишени генератора нейтронов.

Для контроля плотности потока нейтронов и учета возможных ее изменений одновременно с анализируемыми пробами или эталонами облучают алюминиевые мониторы, форма которых идентична с формой внутренней полости ампулы. Ампулы с пробами и мониторы доставляют в зону облучения и к измерительной аппаратуре с помощью пневмопочты.

Наведенную радиоактивность мониторов и проб измеряют

^{x)} Внесена в НСАМ лабораторией прецизионного анализа и партией № 5 ОМЭ ВНИИГПТ.

№ 154-ЯФ
последовательно с помощью гамма-спектрометра, состоящего из спектрометрического датчика с кристаллом $\text{NaI}(\text{Tl})$ размером не менее 63x63 мм и двух одноканальных анализаторов.

Таблица I

Реакции активации и параметры, характеризующие гамма-излучение радиоактивных изотопов, образующихся при взаимодействии нейтронов ($E_n \approx 14$ МэВ) с ядрами стабильных изотопов алюминия и ^{28}K .

| Элемент | Реакция | Период полуразпада | Макросечение активации | Энергия γ -излучения, МэВ (вход на распад, %) |
|----------|--|--------------------|------------------------|--|
| | | | см $^2/\text{г}$ | |
| Алюминий | $^{27}\text{Al}(n,p)^{27}\text{Mg}$ | 10,0 мин | $1,56 \cdot 10^{-3}$ | 1,015 {30%} 0,843 {70%} |
| | $^{27}\text{Al}(n,\alpha)^{24}\text{Na}$ | 15,0 час | $2,62 \cdot 10^{-3}$ | 2,75 {100%} 1,87 {100%} |
| | $^{27}\text{Al}(n,\gamma)^{28}\text{Al}$ | 2,3 мин | $1,25 \cdot 10^{-5}$ | 1,78 {100%} |
| Кремний | $^{28}\text{Si}(n,p)^{28}\text{Al}$ | 2,3 мин | $4,95 \cdot 10^{-3}$ | 1,78 {100%} |
| | $^{29}\text{Si}(n,p)^{28}\text{Al}$ | 6,6 мин | $1,01 \cdot 10^{-4}$ | 2,45 {6%} 1,28 {94%} |
| | $^{30}\text{Si}(n,\alpha)^{27}\text{Mg}$ | 10,0 мин | $1,16 \cdot 10^{-4}$ | 1,015 {30%} 0,843 {70%} |
| | $^{30}\text{Si}(n,\gamma)^{31}\text{Si}$ | 2,64 час | $3,35 \cdot 10^{-7}$ | 1,26 {0,07%} |

Активность пробы измеряют одновременно в двух фиксированных энергетических интервалах. Первый канал (для определения кремния) настраивают на фотопик с $E_\gamma = 1,78$ МэВ, второй (для определения алюминия) — на фотопик с $E_\gamma = 0,84$ МэВ.

Активность алюминиевого монитора измеряют перед измерением активности пробы во втором канале, используя независимый пересчетный прибор.

Анализ выполняют относительным методом. Чтобы форма аппаратурных спектров была идентична, временной режим анализа проб и эталонов должен быть постоянным.

Содержание кремния определяют по отсчету импульсов в первом канале; содержание алюминия — по отсчету импульсов

во втором канале за вычетом отсчета от мешающего излучения наведенной активности кремния в этом же канале. Необходимый для этого поправочный коэффициент определяют при анализе кварцевого эталона.

При расчете содержаний учитывают вес проб и эталонов, "мертвое" время измерительной аппаратуры, ослабление веществом пробы потока нейтронов и гамма-квантов, а также присутствие мешающих элементов.

Определению алюминия и кремния мешает ряд элементов. В таблице 2 указаны образующиеся при активации основные мешающие, радиоактивные изотопы, период их полураспада и энергия гамма-квантов, а также эквивалентное одному проценту мешающего элемента количество Al_2O_3 и SiO_2 .

Время выдержки, необходимое для распада короткоживущих изотопов (азот-16, фтор-20, фосфор-34), используется для измерения активности алюминиевого монитора.

Основным мешающим элементом при определении кремния является фосфор. Под действием быстрых нейтронов при активации кремния и фосфора образуется один и тот же радиоактивный изотоп. Вклад от активации фосфора составляет 0,5% SiO_2 на 1% P_2O_5 . Для большей части типов алюминиевых руд и аллюмо-силикатных пород содержание P_2O_5 не превышает десятых долей процента, и систематическая погрешность, связанная с активацией фосфора, может быть учтена введением поправки на среднее содержание P_2O_5 для данного типа пород и руд. Применять настоящую методику для определения кремния в породах и рудах, содержащих более 1% P_2O_5 , можно только в комплексе с методом, обеспечивающим независимое определение фосфора.

Основным мешающим элементом при определении алюминия является железо, при активации которого образуется радиоизотоп марганец-56 ($T=2,56$ ч.), испускающий гамма-кванты с энергией 0,84 МэВ. Вклад от активации железа составляет около 0,1% Al_2O_3 на 1% Fe_2O_3 . Определить содержание железа и рассчитать влияние изотопа марганец-56 можно по результатам повторного измерения с выдержкой более 1 часа, в течение которой мешающий определению железа магний-27 ($T=10$ мин.), образующийся при активации алюминия, в значительной мере распадается. Однако при этом значительно снижается производитель-

Таблица 2

Основные мешающие элементы при определении алюминия и кремния

| Мешающий элемент | Образующийся радиоизотоп | Период полураспада | Энергия гамма-квантов, МэВ (выход на распад, %) | Количество Al_2O_3 | |
|------------------|--------------------------|--------------------|---|--|---------------------------|
| | | | | (SiO_2), эквивалентное 1% мешающего элемента | % Al_2O_3 |
| Кислород | ^{16}N | 7,35 сек | 6,13 (68) | Влияние О, Na и S устраняется при выдержке проб после активации в течение 60-70 сек. | |
| Натрий | ^{20}F | 11,3 сек | 1,63 (100) | | |
| Сера | ^{34}P | 12,4 сек | 2,13 (25) | | |
| Магний | ^{25}Na | 1,0 мин | 1,61 (5) 0,98 (15) | 0,023 | $2 \cdot 10^{-4}$ |
| Фосфор | ^{28}Al | 2,3 мин. | 1,78 (100) | - | 1,15 |
| Хлор | ^{37}S | 5,1 мин | 3,09 (90) | 0,09 | 0,02 |
| Хром | ^{52}V | 3,77 мин | 1,43 (99,3) | 0,61 | - |
| Марганец | ^{52}V | 3,77 мин. | 1,43 (99,3) | 0,19 | - |
| Железо | ^{56}Mn | 2,56 час. | 2,11 (17,5) 1,81 (88,8) 0,84 (98,6) | 0,16 | $7,7 \cdot 10^{-3}$ |
| Стронций | ^{88}Rb | 17,7 мин | 1,84 (23) | - | $1,2 \cdot 10^{-4}$ |
| Цирконий | ^{89m}Zr | 4,18 мин | 1,53 (6,6) | 0,02 | - |
| Церий | ^{139m}Ce | 1,0 мин | 0,74 (100) | 0,9 | - |

Примечание: Указанные эквиваленты действительны при измерениях с кристаллом $\text{La}_2\text{Si}_3(\text{N})$ размером 70x70 мм при временном режиме анализа: облучение - 1 мин., выдержка - 1 мин., измерение - 2 мин.

ность. Целесообразнее определять мешающее влияние железа, комплексируя активационный метод с рентгенорадиометрическим.¹²

Коэффициент для учета вклада железа в наведенную активность алюминия определяют при активации эталонных проб железа.

Из других мешающих элементов заслуживает внимания только хром, так как имеются единичные месторождения бокситов с содержанием хрома 1-2% (обычно содержание хрома находится

на уровне $n \cdot 10^{-2}\%$). Поэтому при анализе проб алюминиевых руд неизвестного состава, а также ультраосновных пород, для которых характерен повышенный содержания хрома, необходимо по выборочным пробам установить порядок содержания хрома.

Остальные мешающие элементы, указанные в таблице 2, присутствуют в алюминиевых рудах и алюмосиликатных породах в незначительных количествах ($n \cdot 10^{-2} - n \cdot 10^{-4}\%$) и практически не влияют на результаты анализа.

Методика проверена на пробах алюминиевых руд (каолини, алунины, нефелиновые сиениты, бокситы) различных месторождений СССР и на стандартных образцах состава горных пород, аттестованных в СССР и во Франции.

Методика рекомендуется для определения алюминия и кремния в алюминиевых рудах и алюмосиликатных породах по II категории при содержании от 10% до 70% глинозема и от 1% до 50% кремнезема при усреднении результатов анализа двух параллельных навесок.

В таблице 3 даны допустимые расхождения для алюминия и кремния⁷.

Таблица 3
Допустимые расхождения⁷

| Содержание, % | Допустимые расхождения, \pm отн. (%) доп) |
|-------------------------|--|
| Al_2O_3 | |
| 60 - 69,9 | 3,0 |
| 50 - 59,9 | 3,5 |
| 40 - 49,9 | 4,5 |
| 30 - 39,9 | 6,0 |
| 20 - 29,9 | 8,0 |
| 10 - 19,9 | 10,0 |
| <hr/> | |
| SiO_2 | |
| 40 - 49,9 | 2,8 |
| 30 - 39,9 | 3,6 |
| 20 - 29,9 | 5,4 |
| 10 - 19,9 | 9,0 |
| 5 - 9,9 | 14,0 |
| 2 - 4,9 | 19,0 |
| 1 - 1,9 | 26,0 |

В таблице 4 приведены расхождения между повторными определениями алюминия и кремния по данным авторов инструкции.

Таблица 4

Расхождения между повторными определениями по
данным авторов

| Содержание, % | Расхождения ^{x)} , отн.% ($\overline{\Delta}$ эксп.) | Запас точности ($\overline{\Delta}$ доп.) ($\overline{\Delta}$ эксп.) |
|-------------------------|---|---|
| Al_2O_3 | | |
| 60 - 69,9 | 2,3 | 1,3 |
| 50 - 59,9 | 2,5 | 1,4 |
| 40 - 49,9 | 3,0 | 1,5 |
| 30 - 39,9 | 4,1 | 1,5 |
| 20 - 29,9 | 5,7 | 1,4 |
| 10 - 19,9 | 9,2 | 1,1 |
| SiO_2 | | |
| 40 - 49,9 | 2,4 | 1,2 |
| 30 - 39,9 | 3,0 | 1,2 |
| 20 - 29,9 | 3,4 | 1,6 |
| 10 - 19,9 | 3,8 | 2,4 |
| 5 - 9,9 | 4,0 | 2,5 |
| 2 - 4,9 | 4,8 | 4,0 |
| 1 - 1,9 | 7,5 | 3,5 |

^{x)}Расхождения между величинами, полученными при усреднении результатов анализа двух параллельных навесок

Реактивы и материалы

1. Al_2O_3 ч.д.а., 200 - 250 г.
2. Fe_2O_3 ч.д.а., 200 г (для изготовления 4-6 эталонов).
3. Алюминий металлический марки А-995, 20-25 кг (для изготовления 250-300 мониторов).
4. Кварц оптической чистоты, 700 г (для изготовления 20 - 25 мониторов).
5. Обезвоженное (сухое) трансформаторное масло.

6. Нейтронные трубы НТ-20 для генератора НГИ-9^{x)}.
7. Транспортные полиэтиленовые ампулы К-28.
8. Мониторы - цилиндры, вытачиваемые из алюминия А-995, диаметром $18 \pm 0,05$ мм, высотой $40 \pm 0,05$ мм, 250-300 шт.
9. Эталоны. В качестве эталонов используют стандартные образцы состава (СОС) и чистые реактивы.
10. Стандартные образцы состава (СГ-1а, СТ-1а, СГД-1а и др.) с содержанием кремнезема не менее 40% (для изготовления 25-30 эталонов).
11. Стандартные образцы состава бокситы СБ-1, СБ-2 или др. с содержанием Al_2O_3 не менее 40% (для изготовления 20-25 эталонов).

Приготовление эталонов

При определении кремнезема в качестве эталонов применяют порошковые пробы кварца и стандартные образцы состава горных пород с содержанием кремнезема не менее 40%; при определении глиноэзема - стандартные образцы бокситов.

Для установления мешающего влияния железа и эквивалентных соотношений для других элементов используют эталонные пробы чистых соединений кремния (кварц, карбид кремния), алюминия (порошок Al_2O_3 ч.д.а., металлический алюминий А-995) и железа (Fe_2O_3 ч.д.а.).

При использовании в качестве рабочих эталонов алюминиевых вкладышей предварительно определяют содержание Al_2O_3 (в %), эквивалентное по измеряемому гамма-излучению содержанию алюминия в материале вкладышей. Среднюю величину эквивалентного содержания Al_2O_3 вычисляют по результатам 20-25 параллельных активационных определений, используя в качестве эталонов стандартные образцы состава бокситов.

Применение твердых эталонов кварца также желательно, но из-за сложности их изготовления с необходимой точностью обычно применяют рабочие эталоны, приготовленные на основе порошкового кварца, содержание SiO_2 в которых устанавливают по усредненным данным активационного анализа с исполь-

^{x)} При работе с генераторами откачного типа НГ-160, НГ-150 и др. вместо нейтронных трубок применяются тритиевые мишени.

зованием стандартных образцов состава горных пород. Так как равномерность заполнения и вес порошковых эталонов кварца при их многократном использовании могут изменяться, их следует периодически обновлять.

Кварцевые эталоны можно использовать повторно приближительно через 1,5-2 часа, эталоны железа на следующий день, а эталоны и мониторы из алюминия через 3-4 дня. Такой длительный срок объясняется тем, что при использовании эталонов алюминия образуется относительно долгоживущий радиоактивный изотоп ^{24}Na ($T= 15$ часов), уровень наведенной активности которого на момент прекращения активации составляет около 3% от активности изотопа ^{27}Mg ($T= 10$ мин.), а через три дня снижается до уровня 0,1%.

Аппаратура и оборудование

1. Генератор нейтронов с энергией 14 МэВ типа НГИ-9, НГ-160, НГ-150 и др. с плотностью потока в месте облучения проб не ниже 10^7 нейтр./ $(\text{см}^2 \cdot \text{сек})$ при максимальном изменении величины потока не более 10% отн.в течение времени облучения.

2. Гамма-спектрометр, в состав которого входят:

- а) сцинтилляционный детектор $\text{NaJ}(\text{Tl})$ размером не менее 63x63 мм;
- б) два одноканальных анализатора типа ПД-2;
- в) три пересчетных прибора типа ПИ-8 или ПСО2-2еМ;
- г) высоковольтный стабилизированный выпрямитель ВС-22 или НВ-2.

3. Пневмотранспортное устройство на основе унифицированных элементов автоматизированной системы АРС-28⁵.

4. Программное устройство. Блок-схемы компоновки гамма-спектрометра, пневмотранспортного и программного устройств, а также необходимые для комплектования изделия даны в приложении I.

5. Сушильный шкаф СЭШ-3М.

6. Весы аналитические типа ВИА-200М.

7. Секундомер.

8. Электронная клавишная вычислительная машинка типа "Искра-12", "Электроника" и т.д.

9. Набор стандартных радиоактивных источников типа ОСИ.
 10. Прибор дозиметрического контроля типа "ГУП"- I.

Ход анализа

I. Подготовка проб и эталонов

Высушенные до постоянного веса порошковые пробы (20 – 25 г) помещают в предварительно взвешенные (с точностью до 10^{-2} г) и промаркированные полиэтиленовые ампулы типа К-28.⁵ Ампулы заполняют в несколько этапов, каждый раз уплотняя материал плотно входящим в них штоком. С поверхности заполненной ампулы кисточкой удаляют прилипшие частицы пробы, надевают крышку и взвешивают. Вес анализируемой пробы составляет разность весов заполненной и пустой ампулы.

Эталонные пробы готовят аналогично и для того, чтобы исключить возможные потери материала при многократном использовании, заваривают ампулы паяльником.

2. Подготовка аппаратуры

Измерительную аппаратуру предварительно прогревают^{x)} в течение 30–40 минут для установления стационарного режима ФЭУ, устанавливают энергетическую шкалу гамма-спектрометра и раздельно настраивают дифференциальные дискриминаторы первого и второго анализаторов на фотопики с энергией гамма-квантов 1,78 и 0,84 МэВ. При этом анализатор, предназначенный для определения кремния, настраивают на энергетический интервал 1,68 – 1,88 МэВ, в область которого попадает практически весь фотопик с энергией 1,78 МэВ. Второй анализатор, предназначенный для определения алюминия на фоне мешающего гамма-излучения кремния, настраивают на более узкий интервал с границами на уровне $0,5 \lambda_{\max}$, где λ_{\max} – максимальный отсчет в фотопике с $E_\gamma = 0,84$ МэВ.

Для калибровки и настройки гамма-спектрометра используют радиоактивные источники, входящие в комплект ОСИ^{2,4}.

^{x)}Прибор прогревают, помещая радиоактивный источник (например, цинк-65) вблизи датчика на таком расстоянии, чтобы измеряемая интегральная скорость счета составляла около $5 \cdot 10^3$ имп/сек.

Для настройки на фотопик с $E_{\gamma} = 0,84$ МэВ целесообразно дополнительно использовать радиоизотоп марганец-56, который можно получить при облучении эталонов железа. Подготовка генератора нейтронов и порядок работы с ним зависят от типа применяемого генератора и оговариваются в техническом описании генератора.

Как правило, время подготовки аппаратуры составляет для генераторов с отпаянными ускорительными трубками 6-10 мин., для стационарных генераторов откачного типа - 40-60 мин.

Для проверки и корректировки нейтронного потока перед началом анализа выполняют пробный анализ^{x)} алюминиевых мониторов потока: измеряемое число импульсов в канале монитора должно составлять $50000 \pm 10\%$ отн.

3. Определение содержания алюминия и кремния

Ампулы с пробами и мониторами потока закладывают в загрузочное устройство пневмопочты, из которого по команде оператора они последовательно попадают в два параллельных канала блока облучения. Прохождение ампул в каналы блока облучения контролируется фотодатчиками, дающими команды:

включение двигателя, сообщающего двухосевое вращение ампулам с пробами и мониторами в камере блока облучения;
включение потока нейтронов;
запуск таймера программного блока для проведения анализа в определенной временной последовательности.

По истечении 60 секунд с момента запуска программное устройство выдает команду прекратить облучение и остановить вращение камеры блока облучения. После возвращения камеры в исходное положение ампула с монитором через стрелочный путевой распределитель по препараторовому доставляется в блок измерения. Через 10 секунд после окончания облучения по команде программного устройства включается третий прибор, регистрирующий активность монитора. Измерение продолжается 50 секунд и заканчивается автоматически по команде "стоп".

^{x)} Временные параметры пробного анализа те же, что и при последующем анализе проб и эталонов.

В течение последующих 10 секунд ампулы с мониторами перемещаются из блока измерения в контейнер для "отработанных" образцов, а ампулы с пробой - из блока облучения в блок измерения. Измерение активности пробы в течение 120 секунд начинается по команде "пуск" одновременно пересчетными приборами первого и второго каналов и заканчивается по команде "стоп", после чего ампула с пробой сбрасывается в контейнер, и программное устройство автоматически возвращается в исходное положение. Оператор вносит показания всех трех пересчетных приборов в журнал.

Программным устройством задается следующий временной режим анализа:

облучение - 0-60 секунд;

измерение активности монитора - 70-120 секунд;

измерение активности пробы - 130-250 секунд;

Продолжительность цикла анализа составляет 250 секунд. За нулевую точку отсчета принимается начало облучения.

Эталонные пробы анализируют аналогично через каждые 10-12 рядовых проб. Таким образом, число эталонов, проанализированных в течение смены для нахождения усредненных калибривочных коэффициентов, составляет не менее шести на каждый определяемый элемент.

Натуральный фон измеряют три раза за смену: в начале, в середине и в конце.

Стабильность работы спектрометра контролируют по скорости счета в первом и втором каналах при измерении активности кварцевых эталонов, анализируемых через каждые 50-60 минут. При отклонении величины отношения скоростей счета в первом и во втором каналах от среднего значения на удвоенную величину статистической погрешности или более выполняют контрольный анализ, и если расхождения подтверждаются, снова настраивают аппаратуру.

Вычисление . результатов анализа

I. Учет ослабления потока нейtronов и гамма-квантов веществом пробы

При анализе проб весом от единиц до нескольких десятков граммов с достаточным для практических целей приближе-

нием ослабление потока нейтронов ($E_H = 14 \text{ МэВ}$) и гамма-квантов можно учитывать на основе использования экспоненциального закона ослабления¹³. Если влияние бета-излучения устраивается с помощью фильтра^{x)}, суммарный коэффициент ослабления

j может быть определен как:

$$j = e^{-\rho(\chi_H + \chi_g) \frac{d}{2}} \quad (1)$$

где: e - основание натурального логарифма;

ρ - насыпная плотность пробы, $\text{г}/\text{см}^3$;

$(\chi_H \text{ и } \chi_g$ - массовые коэффициенты ослабления нейтронов и гамма-квантов, $\text{см}^2/\text{г}$;

d - внутренний диаметр ампул, см.

Массовые коэффициенты ослабления нейтронов с энергией 14 МэВ и гамма-квантов с энергией 0,84 и 1,78 МэВ сравнительно мало зависят от элементарного состава проб, и основной вклад в изменение величины коэффициента ослабления j вносит изменение насыпной плотности (за счет плотности, возможно, на 60%, за счет изменения состава - на 10-12% отн.).

Поэтому для широкого класса пород и руд коррекцию на ослабление потока нейтронов и гамма-квантов можно свести к коррекции на плотность, т.е. на вес проб (объем ампул постоянен). При расчете коррекции следует использовать постоянные массовые коэффициенты ослабления (дифференцировано по типам пород и руд).

Суммарные коэффициенты ослабления потока нейтронов и гамма-квантов рассчитывают по формулам (2) и (3)

$$j_{np}^{Al} = e^{-P_{np} \cdot (\chi_{Al} \cdot \frac{d}{2V})} \quad (2)$$

$$j_{np}^{Si} = e^{-P_{np} \cdot (\chi_{Si} \cdot \frac{d}{2V})} \quad (3)$$

где: j_{np}^{Al} и j_{np}^{Si} - коэффициенты для учета ослабления потока при определении содержания алюминия и кремния;

P_{np} - вес пробы (эталона), г;

V - объем ампулы, см^3 ;

$$\chi_{Al} = (\chi_H + \chi_{0,84})$$

$$\chi_{Si} = (\chi_H + \chi_{1,78})$$

^{x)} При использовании пневмопочты АРС-23 бета-излучение поглощается стенкой камеры блока облучения и дополнительным алюминиевым экраном толщиной 3 мм.

(μ_H - массовый коэффициент ослабления потока нейтронов с энергией 14 МэВ;

($\mu_{0,84}$ и $\mu_{1,78}$ - массовые коэффициенты ослабления гамма-квантов с энергией 0,84 и 1,78 МэВ.

При использовании ампул К-28 ($d = 1,8$ см; $V = 10,179 \text{ см}^3$) $\frac{d}{2V} = 0,0884$, и формулы (2) и (3) принимают вид:

$$j_{\text{нр}}^{\text{Al}} = e^{-0,0884 \cdot P_{\text{нр}}} \cdot (\mu_{\text{Al}} \quad (2a)$$

$$j_{\text{нр}}^{\text{Si}} = e^{-0,0884 \cdot P_{\text{нр}}} \cdot (\mu_{\text{Si}} \quad (3a)$$

Значения коэффициентов μ_{Al} и μ_{Si} , необходимые для расчета коэффициентов $j_{\text{нр}}^{\text{Al}}$ и $j_{\text{нр}}^{\text{Si}}$, даны в таблице 5 для разных типов пород и эталонов.

Таблица 5

Значения коэффициентов μ_{Al} и μ_{Si} для различных типов пород и эталонов

| Анализируемые вещества, породы | $(\mu_{\text{Si}}, \text{см}^2/\text{г})$ | $(\mu_{\text{Al}}, \text{см}^2/\text{г})$ |
|--|---|---|
| Fe_2O_3 | 0,0677 | 0,0885 |
| Al_2O_3 | 0,0770 | 0,0985 |
| Si_2O_3 | 0,0786 | - |
| Бокситы | 0,0807 | 0,1020 |
| Нефелиновые сиениты и алюмосиликатные породы | 0,0766 | 0,0977 |

При внутрилабораторном аттестационном анализе вещества рабочих эталонов кварца и металлического алюминия эквивалентные содержания SiO_2 и Al_2O_3 рассчитывают для значений

$$j_{\text{этAl}}^{\text{Al}} = 1,0 \text{ и } j_{\text{этSi}}^{\text{Si}} = 1,0.$$

При последующем использовании этих эталонов для определения алюминия и кремния коррекцию на ослабление потока нейтронов и гамма-квантов в эталоне не рассчитывают, т.к. используют эквивалентные содержания.

При проведении аттестационного анализа рабочих эталонов в качестве опорных эталонов желательно использовать стандарт-

ные образцы состава, близкие по плотности к анализируемым пробам. Если насыщая плотность меняется в пределах $\pm 10\%$, можно использовать постоянные коэффициенты j_{Al}^{Al} и j_{Si}^{Si} , рассчитанные для средних значений насыщенной плотности. При этом возможные дополнительные погрешности не будут превышать 0,2-0,3% отн.

Более детально методика коррекции на поглощение быстрых нейтронов и гамма-квантов дается в работе Дж.Хоста и др.¹³

2. Определение поправочных коэффициентов для учета "мертвого" времени измерительной аппаратуры

I. По методу двух источников^{3,6} определяют разрешающее время измерительной установки - T . Измерения выполняются в интегральном режиме при нулевом пороге дискриминации. При этом радиоактивные источники необходимо располагать на таком расстоянии от детектора, при котором суммарная регистрируемая интенсивность не превышает 15-20 тыс. имп/сек.

2. Коэффициент δ для введения поправки на "мертвое" время измерительной аппаратуры находят по упрощенной методике, основанной на усреднении поправочных коэффициентов для учета просчетов в начальный и конечный моменты времени. При усреднении используется зависимость, справедливая для измерения активности источников постоянной интенсивности.

Величину δ рассчитывают по формуле:

$$\delta = 1 + \alpha_{Al}(N'' - \bar{K}N') + \alpha_{Si}N' \quad (4)$$

где: δ - поправочный коэффициент;

N' и N'' - число импульсов за вычетом фона в первом и втором каналах;

α_{Al} , α_{Si} и \bar{K} - постоянные коэффициенты, определяемые при анализе эталонов алюминия и кремния^{x)}.

Усредненный спектральный коэффициент \bar{K} для учета вклада наведенной радиоактивности кремния во втором канале определяют по результатам многократного анализа кварцевых эталонов:

$$\bar{K} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{N_i'' \text{ эт } Si}{N_i' \text{ эт } Si} \quad (5)$$

^{x)} Коэффициенты α_{Al} и α_{Si} определяют не реже одного раза в месяц. Коэффициент \bar{K} определяют ежедневно.

где: n - число проанализированных эталонов ($n \geq 3$);
 $N'_{\text{этAl}}$ и $N''_{\text{этAl}}$ - число импульсов за вычетом фона, измеренное в первом и втором каналах при анализе 1-го эталона кварца.

Для определения коэффициента α_{Al} дифференциальный дискриминатор первого канала переводят в интегральный режим, устанавливают нулевой порог дискриминации и анализируют эталонную пробу металлического алюминия по обычной схеме. значение α_{Al} находят по формуле:

$$\alpha_{Al} = \frac{\tau \cdot \lambda_{Al} (1 + e^{-\lambda_{Al} \cdot t}) N'_{\text{этAl}}}{2 \cdot (1 - e^{-\lambda_{Al} \cdot t}) N''_{\text{этAl}}} \quad (6)$$

где: τ - разрешающее время, сек;

$\lambda_{Al} = 1,155 \cdot 10^{-3} \text{ сек}^{-1}$ - постоянная полураспада изотопа магний-27;

e - основание натурального логарифма;

t - время измерения, сек;

$N'_{\text{этAl}}$ и $N''_{\text{этAl}}$ - число импульсов в первом и втором каналах.

Коэффициент α_{Si} находят аналогично при анализе квартцевого эталона:

$$\alpha_{Si} = \frac{\tau \cdot \lambda_{Si} (1 + e^{-\lambda_{Si} \cdot t}) N''_{\text{этSi}}}{2 \cdot (1 - e^{-\lambda_{Si} \cdot t}) N'_{\text{этSi}}} \quad (7)$$

где: $\lambda_{Si} = 5,02 \cdot 10^{-3} \text{ сек}^{-1}$ - постоянная полураспада изотопа алюминий-28;

$N'_{\text{этSi}}$ - число импульсов в первом канале (дифференциальный режим);

$N''_{\text{этSi}}$ - число импульсов во втором канале (интегральный режим при нулевом пороге дискриминации).

Для анализаторов типа ІІІ-2 с детектором $\text{NaJ}(\text{Tl})$ разрешающее время установки (τ) составляет $\sim 3 \cdot 10^{-6}$ сек. Для рекомендованного временного режима (облучение - 60 сек., выдержка - 70 сек, измерение - 120 сек) расчетные формулы для нахождения коэффициентов α_{Al} и α_{Si} имеют следующий вид:

$$\alpha_{Al} = 2,504 \cdot 10^{-3} \frac{N'_{\text{этAl}}}{N''_{\text{этAl}}} \quad (6a)$$

$$\alpha_{Si} = 1,755 \cdot 10^{-3} \frac{N''_{\text{этSi}}}{N'_{\text{этSi}}} \quad (7a)$$

При таком способе расчета погрешность определения коэффициента S не превышает 5% отн. для интегральных загрузок менее $2 \cdot 10^4$ имп/сек и продолжительности измерений до 4 минут. При этом возможная максимальная дополнительная погрешность анализа не превышает 0,2% отн.

3. Определение калибровочных коэффициентов

Калибровочные коэффициенты A_{Si} и A_{Al} находят по данным, полученным при измерении эталонных проб:

$$A_{Si} = \frac{N'_{etSi} \cdot \delta_{etSi}}{P_{etSi} \cdot N^M_{etSi} \cdot j_{etSi}^{st} \cdot C_{etSi}^{Si}} \quad (8)$$

$$A_{Al} = \frac{(N''_{etAl} - \bar{K}N'_{etAl}) \cdot \delta_{etAl}}{P_{etAl} \cdot N^M_{etAl} \cdot j_{etAl}^{st} \cdot C_{etAl}^{Al}} \quad (9)$$

где: N'_{etSi} – число импульсов за вычетом фона, измеренное в первом канале при анализе эталона кремния;

N''_{etAl} и N'_{etAl} – число импульсов за вычетом фона в первом и втором каналах при анализе эталона алюминия;

P_{etAl} и P_{etSi} – вес эталонов алюминия и кремния, г;

N^M_{etSi} и N^M_{etAl} – число импульсов в канале монитора при анализе эталона кремния и алюминия;

δ_{etSi} и δ_{etAl} – поправочные коэффициенты для корректирования просчетов аппаратуры при анализе эталона кремния и эталона алюминия (расчитываются по формуле 4);

C_{etSi}^{Si} и C_{etAl}^{Al} – эквивалентные содержания SiO_2 в эталоне кремния и Al_2O_3 в эталоне алюминия;

\bar{K} – усредненный спектральный коэффициент, определяемый при анализе кварцевого эталона;

j_{etSi}^{st} и j_{etAl}^{st} – коэффициенты для учета содействия потока нейтронов и гамма-квантов веществом пробы для эталона кремния и эталона алюминия.

4. Определение эквивалентных коэффициентов для учета мешающих элементов

Коэффициент K_p^{Si} (для учета мешающей активации фосфора) находят по отношению макросечения реакции (n, α) активации фосфора ($2,3 \cdot 10^{-3} \text{ см}^2/\text{г}$) к макросечению активации

по (*n, p*) реакции кремния ($4,95 \cdot 10^{-3} \text{ см}^2/\text{г}$). В пересчете на окислы эквивалентный эффект составляет $\sim 0,5\% \text{ SiO}_2$ на $1\% \text{ P}_2\text{O}_5$, т.е. $K_{\text{P}}^{\text{Si}} = 0,5$.

Коэффициенты $K_{\text{Fe}}^{\text{Al}}$ и $K_{\text{Fe}}^{\text{Si}}$ (для учета влияния железа) и $K_{\text{Al}}^{\text{Si}}$ (для учета активации алюминия при определении кремния^{xx)}) определяют экспериментально при обработке результатов измерений эталонных проб, приготовленных на основе окислов алюминия, кремния и железа^{xxx)}.

$$K_{\text{Fe}}^{\text{Al}} = \frac{N'_{\text{этFe}} - \bar{K} N''_{\text{этFe}}}{P_{\text{этFe}} \cdot N_{\text{этFe}}^M \cdot j_{\text{этFe}}^{\text{Al}} \cdot C_{\text{этFe}}^{\text{Al}} \cdot \bar{a}_{\text{Al}}} \quad (\text{IO})$$

$$K_{\text{Fe}}^{\text{Si}} = \frac{N'_{\text{этFe}}}{P_{\text{этFe}} \cdot N_{\text{этFe}}^M \cdot j_{\text{этFe}}^{\text{Si}} \cdot C_{\text{этFe}}^{\text{Si}} \cdot \bar{a}_{\text{Si}}} \quad (\text{II})$$

$$K_{\text{Al}}^{\text{Si}} = \frac{N'_{\text{этAl}} - \delta_{\text{этAl}}}{P_{\text{этAl}} \cdot N_{\text{этAl}}^M \cdot j_{\text{этAl}}^{\text{Si}} \cdot C_{\text{этAl}}^{\text{Si}} \cdot \bar{a}_{\text{Si}}} \quad (\text{I2})$$

где: $N'_{\text{этFe}}$ и $N''_{\text{этFe}}$ – число импульсов за вычетом фона в первом и втором каналах при измерении эталона железа;
 $N'_{\text{этAl}}$ – число импульсов за вычетом фона в первом канале при измерении эталона алюминия;

\bar{K} – усредненный спектральный коэффициент, определяемый при анализе кварцевых эталонов по формуле (5);

$P_{\text{этFe}}$ и $P_{\text{этAl}}$ – вес эталонов железа и алюминия, г;

$N_{\text{этFe}}^M$ и $N_{\text{этAl}}^M$ – число импульсов в канале монитора при анализе эталонов железа и алюминия;

$\delta_{\text{этAl}}$ – коэффициент для учета "мертвого" времени при измерении эталона алюминия^{xxx)} (рассчитывают по формуле (4));

$C_{\text{этFe}}^{\text{Fe}}$ и $C_{\text{этAl}}^{\text{Al}}$ – содержание Fe_2O_3 в эталоне железа и Al_2O_3 в эталоне алюминия, %;

^{x)} Вводить поправку на активацию алюминия необходимо только при определении кремния в бокситах. Для других типов пород и руд этой поправкой можно пренебречь.

^{xx)} Эквивалентные коэффициенты $K_{\text{Fe}}^{\text{Al}}$, $K_{\text{Fe}}^{\text{Si}}$ и $K_{\text{Al}}^{\text{Si}}$ определяют I раз в месяц.

^{xxx)} Ввиду малой загрузки просчетами измерительной аппаратуры при анализе эталонов железа можно пренебречь.

$j_{\text{этFe}}^{\text{Al}}$, $j_{\text{этFe}}^{\text{Si}}$ и $j_{\text{этAl}}^{\text{Si}}$ - коэффициенты для учета ослабления потока нейтронов и гамма-квантов в эталоне железа и в эталоне алюминия;

\bar{a}_{Al} и \bar{a}_{Si} - усредненные калибровочные коэффициенты, определяемые при анализе эталонов алюминия и кремния.

5. Вычисление содержания алюминия и кремния

1. По формулам (2) и (3) рассчитывают суммарные коэффициенты ослабления потока нейтронов и гамма-квантов $j_{\text{пр}}^{\text{Al}}$ и $j_{\text{пр}}^{\text{Si}}$.

2. Из результатов измерений вычтут средние значения фона.

3. По формуле (4) вычисляют коэффициент $\delta_{\text{пр}}$ для учета просчетов измерительной аппаратуры.

4. По формулам (13) и (14) рассчитывают содержание алюминия - C_{Al} (% Al_2O_3) и кремния - C_{Si} (% SiO_2).

$$C_{\text{Al}} = \frac{(N'_{\text{пр}} - \bar{K} N'_{\text{пр}}) \cdot \delta_{\text{пр}}}{P_{\text{пр}} \cdot N'_{\text{пр}} \cdot j_{\text{пр}}^{\text{Al}} \cdot \bar{a}_{\text{Al}}} - \bar{K}_{\text{Fe}}^{\text{Al}} \cdot C_{\text{Fe}} \quad (13)$$

$$C_{\text{Si}} = \frac{N'_{\text{пр}} \cdot \delta_{\text{пр}}}{P_{\text{пр}} \cdot N'_{\text{пр}} \cdot j_{\text{пр}}^{\text{Si}} \cdot \bar{a}_{\text{Si}}} - \bar{K}_{\text{Al}}^{\text{Si}} \cdot C_{\text{Al}} - \bar{K}_{\text{Fe}}^{\text{Si}} \cdot C_{\text{Fe}} - K_{\text{P}}^{\text{Si}} \cdot \bar{C}_{\text{P}_2\text{O}_5} \quad (14)$$

где: $N'_{\text{пр}}$ и $N''_{\text{пр}}$ - число импульсов за вычетом фона в первом и втором каналах при измерении активности пробы;

$N'_{\text{пр}}^M$ - число импульсов в канале монитора при анализе пробы^{x)};

$P_{\text{пр}}$ - вес пробы, г;

C_{Fe} - содержание железа в пробе, % Fe_2O_3 (определяют независимым методом);

$\bar{C}_{\text{P}_2\text{O}_5}$ - среднее содержание P_2O_5 для анализируемого типа пород и руд, % P_2O_5 ;

\bar{K} - усредненный спектральный коэффициент ($n > 3$) для учета вклада от активации кремния во втором канале (опреде-

^{x)} Если вес мониторов отличается от среднего более чем на 0,1 г, величину $N'_{\text{пр}}^M$ в формулах (13) и (14) заменяют величиной $\frac{N'_{\text{пр}}}{P_{\text{M}}}$, где P_{M} - вес монитора в граммах.

ляют по формуле 5 при анализе кварцевого эталона);

\bar{a}_{Al} и \bar{a}_{Si} - усредненные ($n \geq 6$) калибровочные коэффициенты, рассчитываемые по формулам (8) и (9) при обработке результатов анализа эталонов алюминия и кремния;

\bar{K}_{Fe}^{st} и \bar{K}_{Al}^{st} - усредненные ($n \geq 3$) коэффициенты для учета мешающей активации железа при определении алюминия и кремния (рассчитывают по формулам (10) и (11) при анализе эталонов железа);

K_{Al}^{st} - усредненный ($n \geq 3$) коэффициент для учета мешающей активации алюминия при определении кремния (рассчитывают по формуле (12) при обработке результатов анализа эталонов кремния и алюминия);

$K_p^{st} = 0,5$ - коэффициент для учета мешающей активации фосфора при определении кремния.

Техника безопасности

Работа с использованием генераторов нейтронов должна выполняться в соответствии с действующими санитарными правилами 9, II.

Для приобретения генератора нейтронов и его эксплуатации следует получить разрешение местных органов санитарного надзора.

При работе с генераторами быстрых нейтронов основными вредными факторами являются:

поток быстрых нейтронов;

вторичное гамма-излучение из конструктивных и защитных материалов;

рентгеновское излучение, возникающее при торможении электронов в ускорительной трубке;

наведенная радиоактивность воздуха и конструкций;

наведенная радиоактивность анализируемых проб.

Для стационарных генераторов откачного типа к указанным вредным факторам следует добавить выделение трития из выхода форвакуумного насоса и загрязнение тритием конструктивных деталей вакуумной системы установки.

Генератор нейтронов должен размещаться в специально

оборудованном помещении, имеющем принудительную вентиляцию^{x)}.

Зашита генератора может быть монолитной или изготовленной из бетонных блоков^{xx)} (приблизительный размер 20x20x60 см)⁸.

Стены внутри помещения должны быть окрашены масляной краской на высоту не менее 2 м от пола. Специальных требований к отделке помещений не предъявляется.

Зашитные стеки и перекрытия проектируются и рассчитываются с условием обеспечения допустимого уровня интенсивности ионизирующих излучений в смежных помещениях согласно санитарным правилам ОСП-72⁹.

В данном случае определяющим для расчета является нейтронное излучение. При расчете используется исходная формула:

$$f_q = \frac{N}{4\pi R^2} B \cdot e^{-\Sigma X}$$

где f_q ^{xxx)} – допустимая интенсивность потока быстрых нейtronов в расчетной точке, нейтр/(см² сек.);

N – нейтронный поток генератора (полное количество нейтронов, выходящее из мишени), нейtron/сек;

R – расстояние от места расположения мишени до расчетной точки, см;

B – фактор накопления (для бетона $B=5$);

e – основание натурального логарифма;

Σ – макроскопическое сечение выведения нейтронов с энергией 14 МэВ (для бетона $\Sigma = 0,073 \text{ см}^{-1}$);

X – необходимая толщина защитного слоя, см.

Вариант защиты камеры, предназначенный для размещения генератора нейтронов НГИ-9 с потоком $5 \cdot 10^9$ нейтр/сек, показан на рис. I. Расчет защиты выполнен таким образом, чтобы были обеспечены нормальные условия работы в непосредственной близости у стенок камеры. При такой защите мощность дозы

^{x)} Приточно-вытяжная вентиляция предусматривается в соответствии с требованиями СН-245-63.

^{xx)} Бетон марки 400.

^{xxx)} Для категории лиц, допущенных к работе с ионизирующими излучениями, $f_q = 20$ нейтр/(см² сек) (категория А);
для населения и лиц, не работающих с ионизирующими излучениями, $f_q=2$ нейтр/(см² сек) (категория Б).

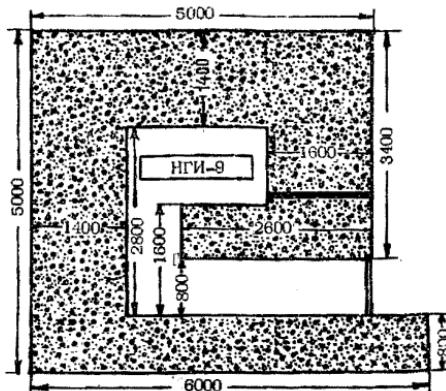


Рис.1. Вариант планировки защитной камеры, предназначенный для размещения генератора нейтронов НГИ-9.

по быстрым нейtronам в непосредственной близости к камере не превышает $1,5 \text{ нейтр}/(\text{см}^2 \cdot \text{сек})$, т.е. обеспечиваются условия безопасной работы для персонала группы Б (не работающих с ионизирующими излучениями). Мощность дозы по тепловым нейтронам и гамма-излучению радиационного захвата составляет значительно меньшую часть от предельно-допустимого значения и может не приниматься во внимание. Входная дверь в камеру должна быть оборудована блокирующим устройством. Вход в камеру должен иметь световую и звуковую сигнализацию, сблокированную с системой пуска установки и индикатором наличия нейтронов.

Входить в камеру нейтронного генератора разрешается спустя 30 мин. после выключения потока нейтронов.

В ряде блоков генератора нейтронов и измерительной аппаратуры используется высокое напряжение, в связи с чем при эксплуатации необходимо соблюдать правила работы с напряжением выше 1000 в^{10} .

Пробы транспортируются на облучение и измерение автоматически с помощью пневмопочты, при этом оператор имеет прямой контакт только с неактивированными, а следовательно, и нерадиоактивными пробами.

Мощность дозы от активированных образцов при рекомендованном режиме анализа на расстоянии 30 см не превышает 0,1 мр/час (допустимый уровень 2,8 мр/час), что дает возможность безопасного проведения работы без экранирования сборного контейнера защитным материалом.

Если необходимо работать с уже облученными образцами, следует руководствоваться общими правилами работы с открытыми радиоактивными источниками⁹. При этом надо иметь в виду, что при анализе геологических проб общий уровень наведенной радиоактивности в основном определяется образованием короткоживущих изотопов с периодом полураспада менее 10 мин, активность которых быстро уменьшается практически до уровня фона в течение часа.

Вскрытие ампул с пробами допускается только через сутки с момента облучения.

Все лица, поступающие на работу, связанную с обслуживанием и эксплуатацией генераторов нейтронов, должны проходить предварительный и периодический (один раз в год) медицинский осмотр. К работе допускаются лица не моложе 18 лет.

Все вновь поступающие должны быть обучены безопасным методам работы, а также должны пройти специальный инструктаж. Повторный инструктаж на рабочих местах проводится каждые 6 месяцев. Данные о проведении инструктажа и проверке знаний (один раз в год) должны фиксироваться в специальном журнале.

Все лица, принимающие участие в аналитических работах, должны обеспечиваться спецодеждой на общих основаниях.

В помещениях, где расположены генераторы нейтронов и анализирующая аппаратура, запрещается принимать пищу, курить, пользоваться косметическими средствами. Все лица должны иметь индивидуальные дозиметры на основе ИФК или ДК-0,2.

На всех сотрудников должны заполняться индивидуальные карточки, в которых необходимо регистрировать дозы внешнего облучения характеристики воздушной среды и загрязненности поверхности на рабочих местах.

Дозиметрический контроль должен осуществляться дозиметрической службой предприятия, а при ее отсутствии для этих целей приказом руководителя предприятия или учреждения наз-

начается специальное ответственное лицо, знакомое с правилами безопасного проведения работ с генераторами нейтронов и радиоактивными веществами.

Частота и характер проведения необходимых измерений уровней нейтронного и гамма-излучений, аэрозолей и наведенной радиоактивности устанавливаются администрацией по согласованию с местными органами санитарного надзора, исходя из типа генератора нейтронов и особенностей проводимых работ.

пример комплектации гамма-спектрометра,
пневмотранспортного и программного уст-
ройств

I. Гамма-спектрометр

Измерительная установка состоит из сцинтилляционного датчика и двух одноканальных анализаторов. Блок-схема установки показана на рис.2. Установку собирают из блоков серийной аппаратуры (табл.6).

Таблица 6

Перечень изделий для комплектования измерительной установки

| Наименование изделия | Т и п | Число шт. |
|--|----------|-----------|
| Сцинтилляционный датчик с кристаллом №5 (Tl) 70x70 мм | БДЭГ2-28 | 1 |
| Одноканальный дифференциальный амплитудный дискриминатор | ПД2-1 | 2 |
| Высоковольтный стабилизированный выпрямитель для питания спектрометрических датчиков | ПВ-2-2 | 1 |
| Пересчетный прибор | ПС02-2еМ | 3 |

Таблица 7

Перечень изделий для комплектования пневмопочты

| Наименование изделия | Т и п | Число шт. |
|------------------------------|---------------------------|-----------|
| Блок облучения | БО-28-2 по еи0.239.003.ТУ | 1 |
| Блок измерений | БИ-28А по еи0.280.007.ТУ | 1 |
| Блок распределения (стрелка) | Р-28 по еи0.239.002 ТУ | 2 |
| Блок загрузки | Г-28 по еи0.239.001 ТУ | 1 |
| Блок вентилей | БВ-1 по еи0.885.020 | 3 |
| Индикационный датчик | Ф-28 по еи0.320.010 ТУ | 4 |
| Трубы полиэтиленовые | ТПП ^x) | |
| Блок низковольтного питания | ВСА-5а | 1 |

^x) Длина полиэтиленовых труб зависит от размеров и формы помещения, в котором находится генератор нейтронов и анализирующая аппаратура.

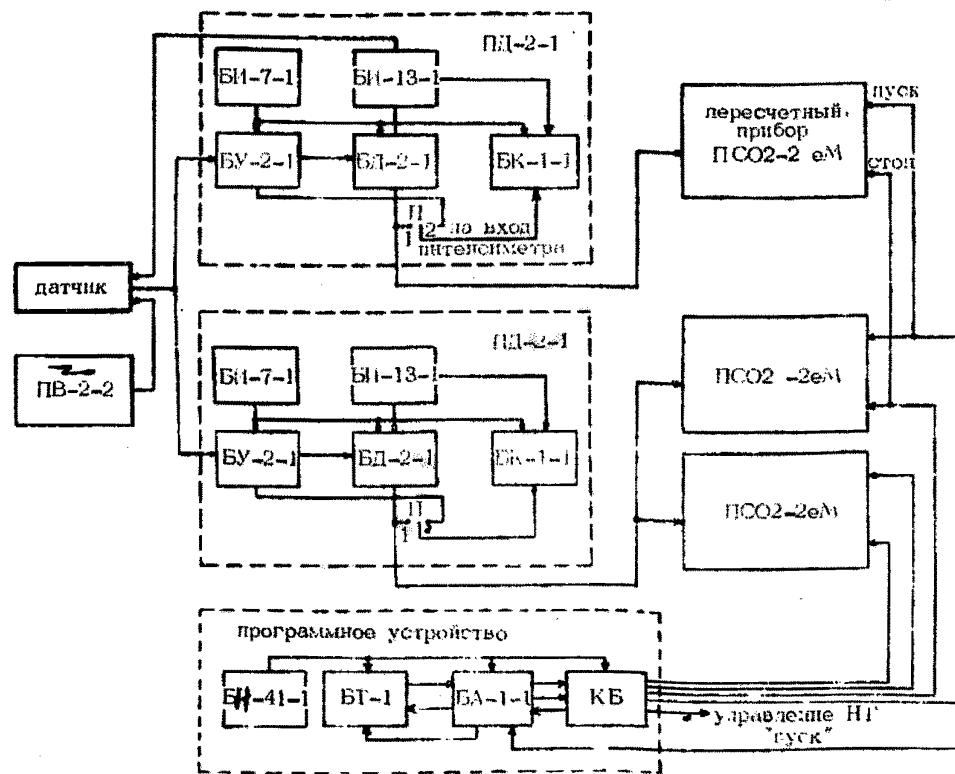


Рис.2. Блок-схема измерительной установки и программного устройства.

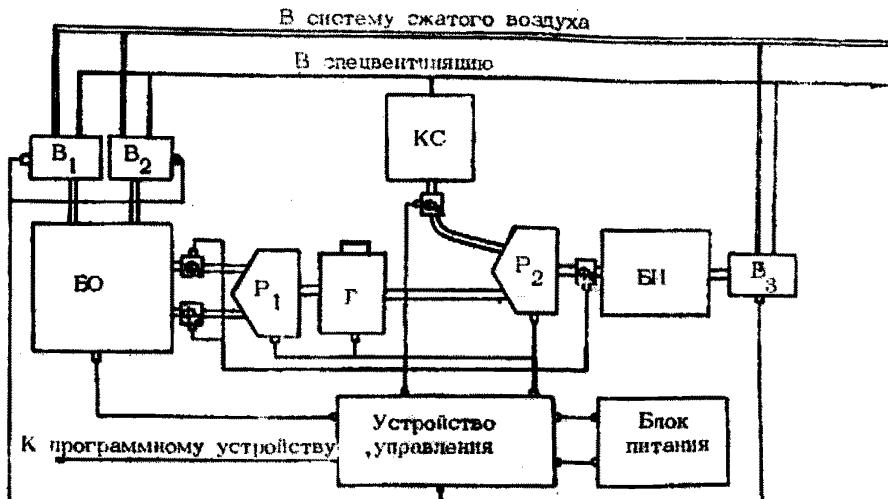


Рис.3. Блок-схема компоновки узлов пневмопочты.
 ВО - блок облучения; БИ - блок измерения; Г - блок загрузки;
 Р₁ и Р₂ - стрелочные путевые распределители;
 КС - контейнер сброса; В₁, В₂, В₃ - блоки электропневматических вентилей; Ф₁ - Ф₂ - датчики фоторегистраторов.

2. Пневмотранспортное устройство

Для пневмотранспортного устройства используются унифицированные элементы автоматизированной системы АРС-28⁵. Функциональная блок-схема компоновки узлов пневмоочистки показана на рис.3. Перечень изделий для комплектования пневмопочты дан в табл.7.

3. Программное устройство

Работа установки по заданной временной программе должна обеспечиваться программным устройством, которое создается на базе использования блока электронного секундомера БТ-1, блока автоматического управления БА-1 и командного блока КБ (см.рис.2), основным элементом которого является шаговый двигатель ШИ-25.

Принцип работы программного устройства заключается в следующем: с электронного таймера БТ-1 по команде "пуск" непрерывно в течение всего цикла анализа на управляющий вход шагового двигателя ШИ-25 поступают импульсы с интервалом 10 сек. При этом подвижный контакт шагового двигателя, последовательно замыкаясь с неподвижными в строго заданное время, дублирует включение кнопок "пуск" и "стоп" в пересчетных приборах и в пульте генератора нейтронов. Таким образом, с помощью шагового двигателя включается и выключается нейтронный поток и осуществляется запуск и остановка пересчетных приборов.

Электронный таймер БТ-1 управляет по двухступенчатой схеме; непосредственное управление БТ-1 с помощью блока БА-1 и командная связь блока БА-1 с пультом управления пневмопочты.

В исходном состоянии схема пропускания таймером БТ-1 заперта отрицательным напряжением - 20в, вырабатываемым блоком БА-1 в положении "стоп". При этом весьма существенно, что напряжение - 20в подается только в исходном состоянии шагового двигателя (через первый неподвижный и подвижный контакты): это необходимо для автоматического возвращения шагового двигателя в начальное положение и для исключения возможности преждевременной остановки таймера.

Для автоматического запуска таймера в момент поступле-

ния образца и монитора на облучение используются два реле типа МКУ-48. При этом нормально замкнутые контакты реле включаются параллельно и соответствуют положению "стоп" ручного управления блока БА-1; нормально разомкнутые контакты включаются последовательно и соответствуют положению "пуск"; обмотки реле включаются параллельно индикационным лампочкам, сигнализирующими о нахождении образца и монитора в позиции "облучение". Рекомендуемое включение контактных групп реле обеспечивает автоматический запуск таймера только при одновременном нахождении образца и монитора в камере блока облучения.

Система возвращается в исходное состояние автоматически. Необходимые для комплектования программного устройства детали и изделия перечислены в таблице 8.

Таблица 8
Перечень изделий для комплектования программируемого устройства

| Наименование изделия | Тип | Число, шт. |
|-------------------------------|---------|------------|
| Блок электронного секундомера | БГ - I | I |
| Блок управления | БА-1-I | I |
| Блок низковольтного питания | ЕН-4I-I | I |
| Шаговый испытатель | ШИ-25 | I |
| Реле | МКУ-48 | 2 |
| Каркас блочный | КБК-1 | I |
| Блок частичный вставной | БЧ-1 | I |

Пример выполнения анализа

Перед проведением массового анализа проб неизвестного состава выполняют следующую работу:

- 1) определяют разрешающее время T измерительных каналов установки и постоянные коэффициенты α_{Al} и α_{Si} , необходимые для расчета поправок на "мертвое" время измерительной аппаратуры;
- 2) определяют эквивалентные коэффициенты для учета мешающей активации железа, фосфора и др. элементов;
- 3) выполняют внутрилабораторный аттестационный анализ рабочих эталонов.

Определение коэффициентов α_{Al} и α_{Si}

Коэффициенты α_{Al} и α_{Si} рассчитывают по формулам (6^a) и (7^a^x), используя результаты анализа эталонных проб металлического алюминия и кварца:

$$\begin{aligned} N'_{\text{эт} Al} &= 775236 & N''_{\text{эт} Al} &= 136441 \\ N'_{\text{эт} Si} &= 366161 & N''_{\text{эт} Si} &= 2022989 \\ \alpha_{Al} &= 2,504 \cdot 10^{-8} \cdot \frac{775236}{136441} = 1,42 \cdot 10^{-7} \\ \alpha_{Si} &= 1,755 \cdot 10^{-8} \cdot \frac{2022989}{366161} = 0,97 \cdot 10^{-7} \end{aligned}$$

Определение эквивалентных коэффициентов

Все коэффициенты за исключением коэффициента $K_p^{Si} = 0,5$, необходимые для учета мешающей активации железа при определении алюминия и кремния, а также мешающей активации алюминия в канале кремния, определяют экспериментально многократным анализом эталонных проб, изготовленных на основе окислов кремния, алюминия и железа.

В рассматриваемом примере было проанализировано по три эталона кремния (SiO_2), алюминия (Al_2O_3) и железа (Fe_2O_3) - №№ п/п 2-10 в таблице расчета.

^x) Формулы (6^a) и (7^a) справедливы для разрешающего времени установки $T = 3 \cdot 10^{-6}$ сек и времени измерения 120 сек. Если эти условия нарушаются, то для вычисления α_{Al} и α_{Si} необходимо пользоваться формулами (6) и (7).

Порядок обработки результатов при нахождении постоянных коэффициентов должен быть следующим: K , A_{Si} , A_{Al} , K_{Fe}^{Si} , K_{Fe}^{Al} . Средние значения коэффициентов определяются усреднением трех результатов. Форма записи дана в таблице. Там же приведены все первичные данные и результаты измерений. Для расчетов используются отсчеты за вычетом натурального фона (нижняя строка в графах 8 и 9). При измерениях активности монитора фоном можно пренебречь.

В рассматриваемом примере вес мониторов различен, и вместо N^M используется $\frac{N^M}{P_M}$ (см.графу 7).

Обработка результатов анализа эталонов кремния

Исходные данные: эталон в ампуле № 1, 100%, SiO_2 (кварц), вес 16,263 г, монитор AI-100, вес - 27,543 г. Вычисляют поправочный коэффициент j_{Si}^{Si} для учета ослабления потока нейtronов и гамма-квантov по формуле (3^a) с $(\mu_{Si})^2 = 0,07863 \text{ г/см}^2$:

$$j_{Si}^{Si} = e^{-16,263 \times 0,07863 \times 0,0684} = 0,8932$$

По формуле (5) вычисляют спектральный коэффициент K при $n = I$:

$$K = \frac{68772}{366121} = 0,1878$$

По формуле (4) вычисляют поправочный коэффициент δ для учета "мертвого" времени измерительной аппаратуры:

$$\delta = (I + 0,97 \cdot 10^{-7} \cdot 366121) = 1,0355$$

По формуле (8) вычисляют калибровочный коэффициент A_{Si} :

$$A_{Si} = \frac{366121 \cdot 1,0355}{16,263 \cdot 1431,1 \cdot 0,8932 \cdot 100} = 0,18237$$

Аналогично рассчитывают коэффициенты по результатам анализов эталонов в ампулах 3 и 4 и вычисляют среднеарифметические значения:

$$\bar{K} = \frac{0,1878 + 0,1877 + 0,1869}{3} = 0,1875$$

$$\bar{A}_{Si} = \frac{0,18237 + 0,18222 + 0,18255}{3} = 0,18238$$

Обработка результатов анализа эталонов алюминия

Исходные данные: эталон в ампуле № 4, 100% Al_2O_3 , вес - 14,021 г, монитор Al-I03, вес - 27,436 г

По формуле (2^a) вычисляют поправочный коэффициент $j_{\text{Al}}^{\text{Al}}$ при $(U_{\text{Al}} = 0,09852 \text{ см}^2/\text{г})$:

$$j_{\text{Al}}^{\text{Al}} = e^{-14,021 \times 0,09852 \times 0,0884} = 0,8851$$

По формуле (3^a) вычисляют $j_{\text{Si}}^{\text{Si}}$ при $(U_{\text{Si}} = 0,07704)$:

$$j_{\text{Si}}^{\text{Si}} = e^{-14,021 \times 0,07704 \times 0,0884} = 0,9089$$

По формуле (4) вычисляют $\tilde{\delta}$:

$$\tilde{\delta} = I + I,42 \cdot 10^{-7} \cdot 36496 + 0,97 \cdot 10^{-7} \cdot 1334 = I,0053$$

По формулам (9) и (12) вычисляют C_{Al} и $K_{\text{Al}}^{\text{Si}}$:

$$C_{\text{Al}} = \frac{(36746 - 0,1875 \cdot 1334) \cdot I,0053}{I4,021 \cdot I430,6 \cdot 0,8851 \cdot 100} = 0,020666$$

$$K_{\text{Al}}^{\text{Si}} = \frac{1334 \cdot I,0053}{I4,021 \cdot I430,6 \cdot 0,9089 \cdot 100 \cdot 0,18238} = 0,00415$$

Аналогично обрабатывают результаты анализов эталонов в ампулах 6 и 7 и находят среднеарифметические значения:

$$\bar{C}_{\text{Al}} = 0,020674 \quad \bar{K}_{\text{Al}}^{\text{Si}} = 0,00414$$

Обработка результатов анализа эталонов железа

Исходные данные: эталон в ампуле № 7, 100% Fe_2O_3 , вес

Вычисляют: $j_{\text{Al}}^{\text{Al}}$ при $(U_{\text{Al}} = 0,08847 \text{ см}^2/\text{г})$

$$j_{\text{Si}}^{\text{Si}} \text{ при } (U_{\text{Si}} = 0,06773 \text{ см}^2/\text{г})$$

$$j_{\text{Al}}^{\text{Al}} = e^{-15,126 \times 0,08847 \times 0,0884} = 0,8884$$

$$j_{\text{Si}}^{\text{Si}} = e^{-15,126 \times 0,06773 \times 0,0884} = 0,9134$$

Принимают $\tilde{\delta} = I,0$ и рассчитывают по формулам (10) и (11):

$$K_{\text{Fe}}^{\text{Al}} = \frac{4782 - 0,1875 \cdot 1288}{15,126 \cdot 1443,7 \cdot 0,8884 \cdot 100 \cdot 0,020674} \rightarrow 0,1132$$

$$K_{\text{Fe}}^{\text{Si}} = \frac{1288}{15,126 \cdot 1443,7 \cdot 0,9134 \cdot 100 \cdot 0,18238} \rightarrow 0,00354$$

Используя результаты анализов эталонов железа в ампулах 7,8, 9, находят средние значения

$$\bar{K}_{Fe}^{Al} = 0,1120 \quad \bar{K}_{Fe}^{Si} = 0,00349$$

Внутрилабораторный аттестационный анализ эталонных проб металлического алюминия и кварца^{XX}

Эквивалентные содержания SiO_2 и Al_2O_3 в эталонных пробах определяют, используя в качестве эталонов стандартные образцы состава, для которых на основании полученных эквивалентных коэффициентов для фосфора и железа предварительно вычисляют эквивалентные содержания Al_2O_3 и SiO_2 . Например, в стандартном образце в соответствии с паспортом содержится: 46,40% SiO_2 , 21,60% Al_2O_3 , 0,26% P_2O_5 и 10,1% Fe_2O_3 (если содержание железа дано в другой форме, его необходимо пересчитать на Fe_2O_3).

Эквивалентное содержание кремния в стандартном образце:
 $C_{экв., SiO_2} = 46,40 + 0,5 \cdot 0,26 + 0,00414 \cdot 21,60 + 0,00349 \cdot 10,1 =$
 $= 46,65\% SiO_2$.

Эквивалентное содержание алюминия в стандартном образце:
 $C_{экв., Al_2O_3} = 21,60 + 0,112 \cdot 10,1 = 22,73\% Al_2O_3$.

Вычисленные эквивалентные содержания SiO_2 и Al_2O_3 используют при анализе. Внутрилабораторный аттестационный анализ начинают, как обычно, с измерения натурального фона, затем анализируют около 20–25 серий, состоящих из эталонов SiO_2 и Al и стандартных образцов состава (СОС). Последовательность анализов в серии должна быть следующей: эталон кварца, СОС с содержанием SiO_2 не менее 40%, СОС бокситов, эталон металлического алюминия^{XX} (см.таблицу).

По результатам анализа эталона SiO_2 в ампуле II0 по формуле (5) для $n = I$ находят:

$$K = \frac{70890}{3780I} = 0,1875$$

^{ХХ}) Анализируют каждую новую партию материала, из которого изготавливают эталонные пробы.

^{ХХ}) Предполагается, что ампулы с одними и теми же навесками эталонов не используются дважды.

По результатам анализа СОС, содержащего более 40% SiO_2 (ампула 10), по формуле (3^a) находят:

$$j^{\text{Si}} = e - 0,0884 \cdot 15,300 \cdot 0,0766 = 0,9018$$

По формуле (4) вычисляют $\bar{\delta}$:

$$\begin{aligned} \bar{\delta} &= I + 0,97 \cdot 10^{-7} \cdot 167563 + 1,42 \cdot 10^{-7} (4042I - 0,1875 \cdot 167563) = \\ &= I,0178 \end{aligned}$$

По формуле (8) находят:

$$a_{\text{Si}} = \frac{167563 \cdot I,0178}{15,300 \cdot 1451,6 \cdot 0,9018 \cdot 46,65} = 0,18253$$

По результатам анализа СОС бокситов (ампула 50) по формулам (2^a), (4) и (9) находят:

$$j^{\text{Al}} = e - 0,0844 \cdot 18,121 \cdot 0,102 = 0,8495$$

$$\begin{aligned} \bar{\delta} &= I + 0,97 \cdot 10^{-7} \cdot 14744 + 1,42 \cdot 10^{-7} (27244 - 0,1875 \cdot 14744) = \\ &= I,0049 \end{aligned}$$

$$a_{\text{Al}} = \frac{(27244 - 0,1875 \cdot 14744) \cdot I,0049}{18,121 \cdot 1422 \cdot 0,8495 \cdot 54,2} = 0,020734$$

По результатам анализа кварцевых эталонов вычисляют средние значения \bar{K} , по результатам анализа СОС (40% SiO_2 и более) вычисляют \bar{a}_{Si} , по результатам анализа СОС бокситов вычисляют \bar{a}_{Al} .

При среднем значении \bar{a}_{Si} рассчитывают по формуле (14) эквивалентное содержание SiO_2 в каждом кварцевом эталоне (при $C_{\text{Al}} = 0$; $C_{\text{Fe}} = 0$; $\bar{a}_{\text{P}_2\text{O}_5} = 0$). В рассматриваемом примере $a_{\text{Si}} = \bar{a}_{\text{Si}}$, и для эталона в ампуле 110 при $j^{\text{Si}} = 1,0$ величина $C_{\text{экв}}$ вычисляется следующим образом:

$$C_{\text{экв}} = \frac{378081 \cdot I,0356}{16,356 \cdot 1475,5 \cdot 0,18253} = 88,88\% \text{ SiO}_2$$

При средних значениях \bar{K} и \bar{a}_{Al} рассчитывают по формуле (13) эквивалентное содержание Al_2O_3 в каждом металлическом эталоне алюминия (при $C_{\text{Fe}} = 0$). В рассматриваемом примере (ампула 120) $a_{\text{Al}} = \bar{a}_{\text{Al}}$; $j^{\text{Al}} = 1,0$ и

$$C_{\text{экв}} = \frac{(125046 - 0,1875 \cdot 4765) \cdot I,0197}{27,544 \cdot 1474,1 \cdot 0,020734} = 150,38\% \text{ Al}_2\text{O}_3$$

Таблица 9

| № | Исходные данные | | | Экспериментальные данные | | | Результаты обработки экспериментальных данных | | | | | | |
|----|---|------------------------------|----------|--------------------------|----------------------|-------------------|---|-----------------------------------|---|--|----------------------------------|--|---------------------------------------|
| | 1) Содерх. прод. Fe_2O_3 , % | 1) вл. а- пул. | 1) j^M | 1) № мони- торов | 1) N^M | 1) N' | 1) N'' | 1) $K(N' - N'') \cdot 10^{-4}$ | Содержание Al_2O_3 , % | 1) $K_{\text{Al}} \cdot \text{Ca}_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ | Содержание SiO_2 , % | | |
| | 2) экс. сод. Al_2O_3 | 2) вес проб., г | 2) j^M | 2) вес, г | 2) $\frac{N^M}{P_M}$ | 2) $N' - N'_\Phi$ | 2) $N'' - N''_\Phi$ | 2) $L'' - L''_\Phi \cdot 10^{-4}$ | без кор- рекции | 2) $0,5C_{\text{P}_2\text{O}_5}$ | без кор- рекции | | |
| 1 | 90% | | | | 42 | 40 | 120 | | | | | | |
| | Определение эквивалентных коэффициентов | | | | | | | | | | | | |
| 2 | 9т. SiO_2 | 100% SiO_2 | I | 16,268 | 0,8932 | Al-100 27,643 | 39418 1431,1 | 366161 366121 | 68672 68772 | $K = 0,1878$ | 1,0355 | $\bar{Q}_{\text{Si}} = 0,18237$ | |
| 3 | -" | -" | | 16,304 | 0,8932 | Al-101 27,595 | 39559 1433,5 | 367355 367315 | 69045 68945 | $K = 0,1877$ | 1,0356 | $\bar{Q}_{\text{Si}} = 0,18222$ | |
| 4 | -" | -" | 3 | - | 0,8932 | Al-102 27,496 | 39314 1429,7 | 365706 366666 | 68540 68630 | $K = 0,1869$ | 1,0356 | $\bar{Q}_{\text{Si}} = 0,18255$ | |
| | Средние значения | | | | | | | | | | | $\bar{Q}_{\text{Si}} = 0,18238$ | |
| 5 | 9т. Al_2O_2 | 100% Al_2O_3 | 4 | 14,021 | 0,9051 | Al-103 27,456 | 39250 1430,6 | 1374 1384 | 36846 36746 | 250 30436 | 1,0053 | $\bar{Q}_{\text{Al}} = 0,004668$ | $K_{\text{Al}}^{\text{Si}} = 0,00415$ |
| 6 | -" | -" | 5 | 13,924 | 0,8851 | Al-104 27,610 | 39521 1431,4 | 1365 1325 | 36683 36583 | 248 36336 | 1,0053 | $\bar{Q}_{\text{Al}} = 0,004700$ | $K_{\text{Al}}^{\text{Si}} = 0,00414$ |
| 7 | -" | -" | 6 | 14,031 | 0,9069 | Al-105 27,507 | 39393 1432,1 | 1376 1336 | 36831 36781 | 250 36531 | 1,0053 | $\bar{Q}_{\text{Al}} = 0,020649$ | $K_{\text{Al}}^{\text{Si}} = 0,00414$ |
| | Средние значения | | | | | | | | | | | $\bar{Q}_{\text{Al}} = 0,020674$ | |
| 8 | 9т. Fe_2O_3 | 100% Fe_2O_3 | 7 | 15,126 | 0,8884 | Al-106 27,126 | 39168 1443,7 | 1328 1288 | 4832 4782 | 242 4540 | 1,0 | $K_{\text{Fe}}^{\text{Al}} = 0,11132$ | $K_{\text{Fe}}^{\text{Si}} = 0,00354$ |
| 9 | -" | -" | 8 | 15,309 | 0,9134 | Al-107 27,549 | 39574 1435,5 | 1296 1256 | 4843 4743 | 243 4500 | 1,0 | $K_{\text{Fe}}^{\text{Al}} = 0,1114$ | $K_{\text{Fe}}^{\text{Si}} = 0,00343$ |
| 10 | -" | -" | 9 | 15,304 | 0,9134 | Al-108 27,508 | 39335 1430,2 | 1304 1264 | 4799 4699 | 244 4455 | 1,0 | $K_{\text{Fe}}^{\text{Al}} = 0,1115$ | $K_{\text{Fe}}^{\text{Si}} = 0,00349$ |
| | Средние значения | | | | | | | | | | | $\bar{Q}_{\text{Fe}}^{\text{Al}} = 0,1120$ | |

Продолжение таблицы

| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 |
|---|--|------------------------|-------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|---------------------------------|--------|------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|----|----|----|
| Внутрилабораторный аттестационный анализ рабочих эталонов | | | | | | | | | | | | | | | | |
| II фон | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 12 Эталон | 100% | <i>SiO₂</i> | 110 | - | Al-I85 | 40124 | 378121 | 70990 | | | | | | | | |
| | | | I6,356 | 1,0 | 27,194 | I475,5 | 378061 | 70890 | K=0,1875 | I,0366 | | | | | | |
| | | | | | | | | K= | $\frac{70890}{378061} = 0,1875$ | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 13 Стандарт | 22,73% <i>P₂O₅</i> | 10 | 46,65% <i>SiO₂</i> | I5,300 | 0,8765 | Al-I09 | 39706 | I67603 | 40521 | 31418 | I,0178 | $\bar{\alpha}_{Al} = 0,020347$ | $\bar{\alpha}_{Si} = 0,18253$ | | | |
| | | | | | 0,9018 | 27,354 | I451,6 | I67563 | 40421 | 9008 | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 14 Стандарт | 54,2% <i>Al₂O₃</i> | 50 | (боксит) | I8,121 | 0,8495 | Al-I57 | 39251 | I4784 | 27344 | 2764 | I,0049 | $\bar{\alpha}_{Al} = 0,020734$ | $\bar{\alpha}_{Si} = 0,18272$ | | | |
| | | | | | 0,8790 | 27,603 | I422,0 | I4744 | 27244 | 24480 | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 15 Эталон | алюминия | I20 | - | I,0 | Al-I79 | 39986 | 4805 | I25146 | 893 | I,0197 | $C_{ЭКВ} Al_2O_3 = 150,38\%$ | | | | | |
| | металлич. | 27,544 | | | 27,126 | I474,1 | 4765 | I25046 | I24153 | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | |

Рядовой анализ

По результатам анализа эталонов установлено: $\bar{K} = 0,1875$, $\bar{\alpha}_{Si} = 0,18238$, $\bar{\alpha}_{Al} = 0,020674$
фон $N_{\varphi} = 40$; $N_{\varphi}'' = 100$

Анализируемые пробы: боксита данного месторождения имеют среднее содержание $P_2O_5 = 0,2\%$
содержание железа (по данным РРА) 23,18% Fe_2O_3 ; ($\bar{\alpha}_{Al} = 0,102 \text{ см}^2/\text{г}$; $\bar{\alpha}_{Si} = 0,0807 \text{ см}^2/\text{г}$ (см.табл.5))

| | | | | | | | | | | | | | | |
|------------|---------------------------|---------------|--------|------------------|-----------------|--------------|----------------|--------------|------------------|----------------|------------------|--------------|--------------|------------|
| I6 S067-I | 23,18 - 2,60 - 0,08 | 205 I8,002 | 0,8502 | Al-I96 27,803 | 40316 I450,0 | 4016 3976 | 29026 28926 | 745 28181 | I,0044 I,0044 | 61,69 59,09 | - 0,24 - 0,10 | 0,95 0,96 | 0,59 0,54 | 151 151 |
| I7 3067-II | 23,18 - 2,60 - 0,08 | 206 I8,103 | 0,8502 | Al-I97 27,645 | 40295 I457,1 | 409 4054 | 28914 28814 | 760 28064 | I,0044 I,0044 | 60,75 58,15 | - 0,24 - 0,10 | 0,96 0,96 | 0,54 0,54 | 151 151 |

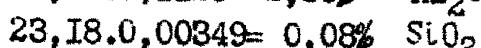
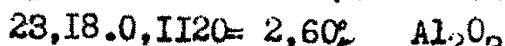
Пример расчета

1) По формулам (2а) и (3а) вычисляют коэффициенты j^{Al} и j^{Si}

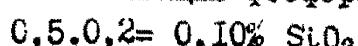
$$j^{Al} = e^{-0,0884 \cdot 18,002 \cdot 0,102} = 0,8502$$

$$j^{Si} = e^{-0,0884 \cdot 18,002 \cdot 0,0807} = 0,8795$$

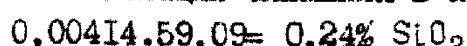
2) Рассчитывают поправки: на активацию железа



на активацию фосфора



на активацию алюминия в канале кремния



3) По формуле (4) находят коэффициент δ :

$$\delta = I + 0,97 \cdot 10^{-7} \cdot 4054 + I,42(28814 - 0,1875 \cdot 4054) = I,0044$$

4) По формулам (13) и (14) находят содержания алюминия и кремния для первой навески:

$$C_{Al_2O_3} = \frac{(28926 - 0,1875 \cdot 3976) \cdot 1,0044}{18,002 \cdot 0,8502 \cdot 1450 \cdot 0,020674} - 2,60 = 59,09\%$$

$$C_{SiO_2} = \frac{3976 \cdot 1,0044}{18,002 \cdot 0,8795 \cdot 1450 \cdot 0,18238} - 0,10 - 0,08 - 0,24 = 0,53\%$$

5) Аналогично обрабатывают результаты измерений, полученные при анализе второй навески, и находят:

$$C_{SiO_2} = 0,54\% \quad C_{Al_2O_3} = 58,15\%$$

6) Вычисляют средние значения:

$$\bar{C}_{SiO_2} = 0,54\% \quad \bar{C}_{Al_2O_3} = 58,62\%$$

Эквивалентные содержания SiO_2 и Al_2O_3 , полученные для эталонов, усредняют и используют при последующем анализе проб неизвестного состава.

Рядовой анализ проб неизвестного состава

Содержания Al_2O_3 и SiO_2 в анализируемых пробах определяют аналогично: измеряют фон, анализируют кварцевые эталоны, по результатам измерений которых определяется \bar{K} (при $n > 3$) и \bar{A}_{Si} (при $n \geq 6$) для конкретного дня измерения; анализируют эталоны металлического алюминия и находят \bar{A}_{Al} (при $n \geq 6$) для того же дня измерения. Анализируют две параллельные навески пробы, в каждой из которых определяют Al_2O_3 и SiO_2 . Результаты усредняют. Пример расчета результатов анализа приведен в конце табл.9.

Литература

1. Алиев А.И. и др. Ядерно-физические константы для нейтронного активационного анализа (справочник). Атомиздат, М., 1969.
2. Вартанов Н.А., Самойлов Н.С. Прикладная спектральная гамма-спектроскопия. Атомиздат, М., 1969.
3. Гольданский В.И. и др. Статистика отсчетов при регистрации ядерных частиц. Физматиздат, М., 1959.
4. Горбушина Л.В. и др. Радиометрия и ядерная геофизика. Изд-во "Недра", М., 1971.
5. Комплекс аппаратуры АРС для автоматизации активационного анализа. В.О. "Изотоп", М., 1972.
6. Межиборская Х.Б. и др. Анализ радиоактивных руд гамма-методом. Атомиздат, М., 1960.
7. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ., М., ВИМС, 1975.
8. Николаенко О.К., Штань А.С. Установка для нейтронно-активационного анализа на кислород. Атомная энергия, т.23 вып.5, с.472, 1967.
9. Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений ОСП-72. М., Атомиздат, 1973, 55.

10. Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей. М., Атомиздат, 1975.
11. Санитарные правила размещения и эксплуатации генераторов нейтронов № 673-67 (СП № 673-67). М., Атомиздат.
12. Флуоресцентный рентгенорадиометрический метод определения железа в кварцитовых рудах и продуктах их переработки. Инструкция НСАМ № 84-ЯФ. М., ВИМС, 1969.
13. Hoste J. et al. CRC activation analysis. London, Butterworths, 1971.

| Изъятые из употребления инструкции | Заменяющие их инструкции |
|---------------------------------------|-----------------------------|
| № 52 - X | № 103 - X |
| № 53 - 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 |

"УГРОДАИ"

МОСКОВСКИЙ
Научный совет по
аналитическим методам
1. XII. 1974 г.

Начальник управления научно-исследовательских организаций
Минтес СССР, член коллегии
25 декабря 1974 г. Ч. Н. ДАВЕРОВ

КЛАССИФИКАЦИЯ
ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

| Категория | Наименование анализа | Воспроизводимость методов анализа | Коэффициент к 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 $99,5 \pm 1,5\%$ | |
| III | | Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 1,5\%$ Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения | 0,33 |
| IV | | Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения | I |
| V | | 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 $99,9 \pm 0,80\%$ | |
| VI | Анализ радиоактивных проб | Среднеквадратичное отклонение результатов определения не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений | I |
| VII | Анализ технологических продуктов | Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком) | I-2 |
| VIII | Особо точный анализ геохимических проб | Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений | 0,5 |
| IX | Анализ рядовых геохимических проб | Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения | 2 |
| X | Наполовину-контрольный анализ | Воспроизводимость определений 4-10 пар (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68% | |
| XI | Качественный анализ | Точность определения не нормируется | |

x) См. Методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", И. ВИМС, 1975 г.