

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



Научный совет по аналитическим
методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 153-ЯФ

ЗОЛОТО

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 № 153-ЯФ

ИНСТРУМЕНТАЛЬНОЕ АКТИВАЦИОННОЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В РУДАХ СЛОЖНОГО
СОСТАВА С ОБЛУЧЕНИЕМ В ПОТОКЕ НЕЙТРОНОВ
ЯДЕРНОГО РЕАКТОРА

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

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 153-ЯО рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - II категория.

(Протокол № 28 от 19 января 1976 г.)

Председатель НСАМ

Г.В.Остроумов

Председатель секции ядерно-
физических методов

А.Л.Акубович

Ученый секретарь

Р.С.Фридман

Инструкция № 153-ИФ рассмотрена в соответствии с приказом Госгеолкома 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 1-1-1976г.

ИНСТРУМЕНТАЛЬНОЕ АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА В РУДАХ СЛОЖНОГО СОСТАВА С ОБЛУЧЕНИЕМ В ПОТОКЕ НЕЙТРОНОВ ЯДЕРНОГО РЕАКТОРА^{x)}

Сущность метода

Методика инструментального активационного определения золота в рудах сложного состава с облучением анализируемых проб в потоке нейтронов, разработанная Е.М.Лобановым, И.А. Миранским, А.В.Янковским, В.Ф.Позычанюком, Д.Г.Сайфутдиновой и Р.В.Тепляковым, основана на образовании радиоактивного изотопа ^{198}Au с периодом полураспада ~ 65 часов по реакции радиационного захвата (n, γ) при облучении ядер золота нейтронами ядерного реактора 4,5 .

Гамма-излучение с энергией 412 кэВ изотопа ^{198}Au измеряют на сцинтилляционном гамма-спектрометре. Применение полупроводникового спектрометра существенно расширяет возможности методики.

В пробе золотоносной руды, облученной в ядерном реакторе, по реакции (n, γ) образуется большое количество радиоактивных изотопов $^{2,5}\text{Au}$, гамма-излучение которых маскирует аналитическую линию изотопа ^{198}Au . В первые два дня после облучения пробы на гамма-спектре отмечается преимущественно излучение короткоживущих изотопов. В дальнейшем спектр представлен в основном излучением изотопов ^{76}As и ^{24}Na .

^{x)} Внесена в НСАМ лабораторией активационного анализа руд и технологических продуктов Института ядерной физики АН Узб.ССР.

Определению золота при применении спиритуационного гамма-спектрометра мешает ряд радиоизотопов, образующихся при нейтронной активации пробы ^{1.6}. Степень мешающего влияния основных изотопов показана в табл. I. Прямые помехи вносятся только гамма-излучением иттерия-175, так как его линия с энергией 396 кэв не разрешается от линии 412 кэв ¹⁹⁸ Au. Излучение остальных изотопов мешает определению золота косвенным образом, так как оно вносит свой вклад в комптоновское распределение в области энергии гамма-излучения ¹⁹⁸ Au.

По мере спада активности короткоживущих изотопов (в зависимости от содержания в породе мышьяка и золота) на фоне комптоновского распределения от гамма-линии 560 кэв (⁷⁶As) выделяется фотопик с энергией 412 кэв (¹⁹⁸ Au). Оптимальное время выдержки пробы, которое требуется для получения наименьшего отношения фон/сигнал в спектре пробы, определяется элементным составом породы данного месторождения. Для различных малосульфидных месторождений оно варьировало в пределах 9–15 дней. Оптимальное время выдержки для проб одного месторождения, в зависимости от содержания золота, колеблется в пределах 2–3 дней. При содержании в породе мышьяка меньше 0,1% время выдержки уменьшается.

Существуют две модификации метода – облучение полным потоком нейтронов или резонансными нейтронами^{х)} (то есть, облучение в кадмиевом экране, поглощающем тепловые нейтроны)². Облучение резонансными нейтронами позволяет несколько повысить чувствительность метода, так как при этом уменьшается активность некоторых мешающих изотопов (²⁴Na, ⁶⁰Co, ⁴⁸Sc и др.) по сравнению с активностью изотопа ¹⁹⁸ Au.

Сурьма практически одинаково мешает при обоих способах облучения. В присутствии сурьмы ограничивается чувствительность определения золота: при ее содержании $5 \cdot 10^{-2}\%$ предел обнаружения золота составляет уже 0,5 г/т. Практически же в исследуемых пробах максимальные содержания сурьмы, найденные активационным методом, не превышали $5 \cdot 10^{-3}\%$. Поэтому при определении золота в пробах нескольких месторождений предел обнаружения был не хуже 0,2–0,3 г/т.

^{х)} В настоящей методике используется облучение полным потоком нейтронов.

Таблица I

Радиоизотопы, мешающие определению золота (время выдержки 8 дней)

№/п	Радио-изотопы	Период полу-распада	Гамма-излучение		Пределы со-держания але-мента в про-бах, %	Эквиваленты по золоту, %	Примечание
			Энергия кэВ	Выход %			
I	^{24}Na	15,05 часа	1370 2750	100 100	до 2,0	-	Распадается полностью, определению не мешает
2	^{46}Sc	83,9 дня	890 1120	100 100	$\sim 10^{-4}$	-	} В количествах, мешающих определению, не накапливаются
3	^{60}Co	5,26 года	1170 1330	100 100	до 10^{-3}	-	
4	^{76}As	26,8 часа	560 650 1210	38 6,3 4,7	до 0,8	Концентрация 2,0% повышает предел обнаружения до уровня 0,6-0,7 г/т	
5	^{122}Sb	2,75 дня	570	68,5	до $5 \cdot 10^{-3}$		
6	^{175}Yb	4,2 дня	396	8,43	до $3 \cdot 10^{-3}$	$\sim 1,7 \cdot 10^{-3}$	Концентрация $5 \cdot 10^{-2}$ % повышает предел обнаружения до 0,5 г/т

с) Количество золота, эквивалентное по гамма-излучению 1% мешающего элемента.

Мешающее действие иттербия при облучении резонансными нейтронами в 20 раз меньше, чем при облучении полным потоком нейтронов. Иттербий может оказывать существенное влияние лишь при его содержании, значительно превышающем кларковые. Если содержание иттербия в десять раз превышает его кларковые содержания (кларк $\sim 3 \cdot 10^{-4}$), то излучение ^{175}Yb будет эквивалентно излучению ^{198}Au при содержании золота 0,05 г/т (облучение полным потоком нейтронов). Однако в реальных пробах такие содержания не встречались (по данным аквитационного и полуколичественного спектрального анализов).

При определении золота вводят поправочные коэффициенты для учета неидентичности геометрических условий облучения и измерения активности проб и эталонов (эталонировочный коэффициент $K_{\text{эт}}$) и экранирования нейтронов на крупинках золота (коэффициент экранирования h) 4 .

Содержание золота в анализируемой пробе вычисляют по площади фотопика ^{198}Au с энергией 412 кэв, с учетом комитновского распределения.

Метод рекомендуется для определения золота в малосульфидных золотокварцевых рудах при его содержании от 0,4 – 0,5 г/т ($4 \cdot 10^{-5}$ – $5 \cdot 10^{-5}$ %) и выше. В этом интервале содержаний расхождения между повторными определениями укладываются в допустимые расхождения Инструкции по внутрилабораторному контролю⁷ с некоторым запасом точности (табл.2).

Таблица 2
Допустимые расхождения⁷

Содержание золота, %	Допустимые расхождения, отн.% (\mathcal{D})	доп
0,005 – 0,0099	9,0	
0,002 – 0,0049	15	
0,001 – 0,0019	23	
0,0005 – 0,00099	35	

Тонкодисперсное золото

В табл.3 приведены фактические расхождения между повторными определениями по данным авторов.

Таблица 3

Расхождения между основными и повторными определениями по данным авторов

Содержание золота %	Расхождения по данным авторов (\overline{D} эксп.)	Запас точности $\frac{\overline{D}_{\text{доп.}}}{\overline{D}_{\text{эксп.}}}$
0,005 - 0,0099	11,2	0,80
0,002 - 0,0049	8,7	1,7
0,001 - 0,0019	9,0	2,5
0,0005 - 0,00099	14,0	2,5
0,0002 - 0,00049	15,5	2,2
0,0001 - 0,00019	17,9	1,9
0,00005 - 0,000099	36,4	0,96

Реактивы и материалы

1. Соляная кислота, 6 н. раствор.
2. Царская водка (смесь HNO_3 d 1,40 и HCl d 1,19 в отношении 1:3).
3. Безрудная порода.
4. Золото металлическое анодное 99,98 пробы.
5. Полиэтиленовая пленка.
6. Фильтры с синей лентой.
7. Эталоны, содержание 0,1 мг золота. Навеску металлического золота 1 г помещают в термостойкий стакан емкостью 100 мл, приливают 50 мл царской водки, накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения золота и удаления бурых паров NO_2 . Раствор количественно переносят в мерную колбу на 100 мл, доливают до метки 6 н. соляной кислотой и перемешивают. В 1 мл полученного раствора содержится 10 мг золота. Из фильтра с синей лентой нарезают полоски шириной не более 10 мм. Микропипеткой наносят на конец полоски 0,01 мл раствора (0,1 мг золота). Полоску высушивают под инфракрасной лампой, складывают пополам и заворачивают в полиэтиленовую пленку. Площадь пакетика не должна превышать 1-1,5 cm^2 . Эталоны могут использоваться многократно, вплоть до

их механического износа. Промежуток между повторными облучениями их не должен быть меньше ~ 20 дней. При приготовлении партии эталонов необходимо проверять активационным методом содержание золота в 15-20 экземплярах: средняя квадратичная ошибка воспроизводимости не должна превышать 3% отн. Средние значения содержания золота в эталонах различных партий не должны различаться между собой более, чем на 1%.

8. Искусственные пробы. Навеску 1-1,5 кг безрудной породы, измельченной до -200 меш, смачивают раствором золота той же концентрации, что и для приготовления эталонов. Объем раствора должен быть достаточным для того, чтобы содержание золота в искусственной пробе составило 25-100 г/т, то есть следует ввести 2,5-10 мл раствора золота. Полученную массу тщательно перемешивают в фарфоровой ступке. Часть полученной массы, равную по весу исследуемой пробе, помещают в такой же полиэтиленовый контейнер, в каком находится исследуемая проба. Точность приготовления искусственных проб проверяют активационным методом: среднеквадратичная ошибка воспроизводимости не должна превышать 5-6% относительных.

Аппаратура

1. Гамма-спектрометры, состоящие из многоканальных анализаторов АИ-128 (3 шт.), сцинтилляционных датчиков (кристаллы NaJ (Tl) размером 80x80, фотоумножитель ФЭУ-56) и блоков питания: низковольтные БН-40-1 (2 шт.), высоковольтные ПВ-2-2 (4 шт.).

2. Автоматизированная пневмотранспортная система для доставки проб на облучение, выдержку и измерение, разработанная в ИЯФ АН Узб.ССР⁵ и состоящая из загрузочного устройства, распределительных стрелок (2 шт.), камеры облучения, накопителя (проботеки), пневмопроводов, пульта управления, измерительных станций (4 шт.). Технические условия: давление воздуха в системе $- 1,2 \pm 0,2$ атм.; расход воздуха на одно облучение $- 0,05 \text{ м}^3$; диаметр пневмопроводов $- 60$ мм; привод и управление агрегатами электрические, напряжение трехфазное, 380 В, 50 гц, потребляемая мощность $- 1$ квт; время облучения одного образца $- 1-120$ сек.; суммарная продолжительность транс-

№ 153 - ЯФ портировки образцов в зависимости от режима работы - 10 - 15 - 25 сек.; емкость накопителя - 3000 проб; суточная производительность при выдержке проб после облучения в течение десяти суток - 300 проб.

3. Гидропресс для запрессовки проб в контейнеры и напрессовки крышек, разработанный в ИЯФ АН Узб.ССР(усилие - 400 кг, давление - 15 атм, среда - масло, питание привода постоянным током напряжением 24-27 В, максимальная сила тока - 30 А).

4. Полиэтиленовые (ГОСТ по полиэтилену 16336-70) контейнеры с крышками, разработанные в ИЯФ АН Узб.ССР(ϕ - 60 мм, высота - 80 мм, емкость - 165 см³, вес с крышками - 55 г).

5. Дозиметрическое оборудование типа УСИД-12 или "Кактус",

6. Инфракрасная лампа для сушки эталонов.

7. Весы лабораторные квадрантные ВЛК на 500 г.

8. Мерные колбы, термостойкие стаканы, микропипетки.

9. Фарфоровые ступки.

Ход анализа

В настоящей методике описан автоматизированный вариант определения золота с помощью специальной установки. Весь процесс анализа состоит из трех стадий: подготовки проб; облучения, выдержки и измерения наведенной активности; обработки информации и вычисления содержания золота.

Исходную пробу, истертую до крупности -200 меш, квартуют, взвешивают и упаковывают в специальный полиэтиленовый контейнер, предварительно промаркированный. К торцу контейнера с пробой прикрепляют эталон. Контейнер закрывают крышкой. В автоматизированной установке вес пробы составляет 250 г, размеры контейнера, имеющего форму цилиндра: ϕ -60 мм, высота - 80 мм. Все данные о контейнерах и пробах записываются в специальном журнале. Партию контейнеров,ложенную в специальную кассету, транспортируют к автоматизированной установке, в которой выполняются остальные стадии анализа: облучение, выдержка, измерение и передача информации в ЭВМ. Наиболее целесообразно использовать для этого пневмотранспортные системы. Партию контейнеров закладывают в загрузоч-

№ 153-ИФ
ное устройство. По пневмоканалу контейнеры с пробами подаются на облучение в торец горизонтального канала реактора. Продолжительность облучения пробы весом 250 г составляет 1 мин. в потоке $4 \cdot 10^{11}$ нейtron/($\text{см}^2 \cdot \text{сек}$).

После облучения пробы поступает во временное хранилище на выдержку. Временное хранилище рассчитано на накопление 3000 проб при ежедневном облучении 300 проб. После десятидневной выдержки пробы с прикрепленным к ней эталоном автоматически извлекается из хранилища и с помощью пневмосистемы подается на измерение. Этalon отделяют от пробы и по отдельности измеряют активность пробы и эталона. По окончании измерений пробы транспортируется на захоронение.

Гамма-излучение пробы измеряют на двухкристальном спин-тилляционном гамма-спектрометре, включающем многоканальный анализатор и детектор из двух кристаллов $\text{NaJ}(\text{TL})$ размером 80x80 мм. Для измерения дневной партии проб (300 шт.) необходимо иметь три измерительные установки. Измерительный комплекс имеет систему вывода информации, которая переводит результаты анализа в форму, пригодную для обработки на ЭВМ (перфолента), или непосредственно в ЭВМ.

ЭВМ выдает окончательные результаты анализа в виде таблиц, которые содержат следующие данные: номер по порядку, номер пробы, входящий номер пробы, дату облучения, дату измерения, содержание золота, отношение фон/сигнал, погрешность анализа.

Перед началом серии анализов экспериментально определяют эталонировочный коэффициент $K_{\text{эт}}$. Для этого облучают искусственные пробы с прикрепленными к их торцам эталонами.

Эталонировочный коэффициент $K_{\text{эт}}$ – отношение удельных активностей изотопа ^{198}Au в эталонах и в искусственной пробе (безрудная погода, пропитанная раствором золота) – определяется экспериментально и рассчитывается по формуле:

$$K_{\text{эт}} = \frac{S_{\text{эт}} \cdot C_{\text{и}}}{S_{\text{и}} \cdot C_{\text{эт}}}, \quad (I)$$

где: $S_{\text{эт}}$ и $S_{\text{и}}$ – активность изотопа ^{198}Au в эталоне и в искусственной пробе, имп/мин;

$C_{\text{эт}}$ и $C_{\text{и}}$ – содержание золота в эталоне и в искусственной пробе, мг.

Для группы проб одного месторождения вычисляют коэффициенты экранирования нейтронов.

Экранирование нейтронов ча крупинках золота вызывается поглощением нейтронного потока во внешних слоях крупинки. Коэффициент экранирования нейтронов на крупинках золота представляет собой отношение удельной активности изотопа ^{198}Au в эталоне к удельной активности этого же изотопа, если золото находится в виде крупинки. Величина коэффициента экранирования определяется гранулометрическим составом золотин и крупностью материала пробы и устанавливается экспериментально для каждого конкретного месторождения. Рассчитывают коэффициенты экранирования нейтронов при облучении резонансными нейтронами (h_p), при облучении образцов полным потоком нейтронов (h_{Π}) и при облучении тепловыми нейтронами (h_T).

Коэффициенты экранирования нейтронов определяют по двадцати-тридцати пробам с содержанием золота от 0,2 г/т до 90-100 г/т следующим образом: в пробе определяют кажущееся содержание золота при облучении резонансными нейтронами без введения поправки на экранирование; после остывания (через 20 дней) эту же пробу вместе с эталоном облучают полным потоком нейтронов и снова определяют кажущееся содержание золота. Коэффициенты экранирования рассчитывают по формулам:

$$h_p = \frac{h_T (KR - 1)}{R \cdot 1} \quad (2)$$

$$h_{\Pi} = \frac{h_p}{K} = \frac{h_T (KR - 1)}{K (R - 1)}, \quad (3)$$

где: K -- отношение кажущихся содержаний золота в пробе, найденных при облучении полным потоком нейтронов и резонансными нейтронами;

R -- кадмievое отношение изотопа ^{198}Au , равное отношению активностей радиоизотопа в эталонах при облучении полным потоком нейтронов и при облучении резонансными нейтронами: величина h_T при K , равном 1,0-1,6, колеблется в пределах 1,0-1,04. Для конкретного K эту величину находят линейной интерполяцией. Коэффициенты экранирования вычисляют один раз, и они остаются

ся постоянными при анализе проб одного и того же месторождения на одной и той же установке для облучения проб.

Содержание золота в пробе (г/т) вычисляют по формуле:

$$C_{\text{пр}} = \frac{N_{\text{пр}} \cdot t_{\text{эт}} \cdot C_{\text{эт}}}{N_{\text{эт}} \cdot t_{\text{пр}} \cdot P_{\text{пр}}} \cdot K_{\text{эт}} \cdot h \cdot 10^3 \text{ г/т}, \quad (4)$$

где: $N_{\text{пр}}$ и $N_{\text{эт}}$ — площади фотопиков ^{198}Au в пробе и в эталоне, вычисленные по формуле (6), имп; $t_{\text{пр}}$ и $t_{\text{эт}}$ — продолжительность измерения пробы и эталона, мин;

$C_{\text{эт}}$ — содержание золота в эталоне, мг;

$P_{\text{пр}}$ — вес пробы, г;

$K_{\text{эт}}$ — коэффициент эталонирования;

h — коэффициент экранирования.

Поскольку содержание золота в эталонах постоянно, и остальные коэффициенты в формуле (4) для группы проб одного месторождения одинаковы, эта формула приобретает следующий вид:

$$C_{\text{пр}} = \frac{N_{\text{пр}} \cdot t_{\text{эт}}}{N_{\text{эт}} \cdot t_{\text{пр}} \cdot P_{\text{пр}}} \cdot A, \quad (5)$$

где: $A = C_{\text{эт}} \cdot K_{\text{эт}} \cdot h \cdot 10^3$ — постоянный коэффициент, рассчитываемый для партии проб одного месторождения.

Площадь фотопика ^{198}Au с энергией 412 кэв рассчитывают по формуле:

$$N_{\text{пр}} = \sum_{i=1}^n N_i - \gamma \frac{n}{2} (N_0 + N_{n+1}) \quad (6), \text{ где:}$$

$N_{\text{пр}}$ — число импульсов в фотопике с энергией 412 кэв с учетом фона;

N_i — число импульсов в i -том канале в пределах аналитического фотопика;

n — число каналов, устанавливаемое по спектру эталона и охватывающее всю площадь фотопика. Обычно спектрометр градируют таким образом, чтобы $n = 3-5$;

N_0 и N_{n+1} — число импульсов в крайних каналах на уровне точек перегиба непосредственно слева и справа от фотопика (рис. I);

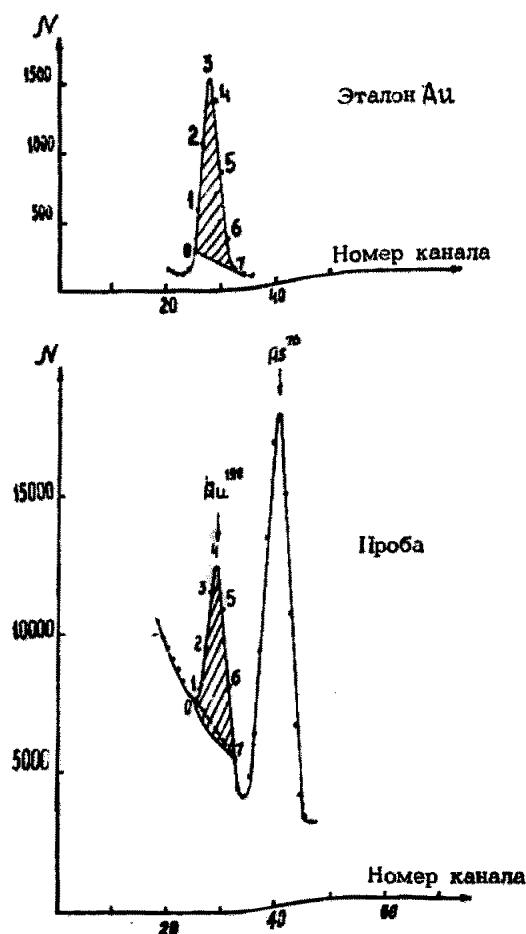


Рис.1. Форма фотопиков ^{198}Au для пробы и для эталона золота.

γ – коэффициент, близкий к единице, для учета вклада излучения от безрудной породы в область аналитического пика: точное его значение определяют экспериментально по энергетическим спектрам активированных проб, отобранных из безрудной породы:

$$\gamma = \frac{\sum_{i=1}^n N_i}{\frac{n}{2} (N_0 + N_{n+1})} \quad (7)$$

Такой способ обработки спектров применяется и при использовании ЭВМ, для чего имеется вычислительная программа, имитирующая приемы ручных вычислений.

Пример расчета содержания золота в
пробе

Номер пробы - 208305

Вес пробы $P_{\text{пр}}$ - 249 г

Коэффициент γ - 0,95

Эталонировочный коэффициент $K_{\text{эт}}$ = 3,8

Коэффициент ~~экран~~ экранирования h = 1,12

Содержание золота в эталоне $C_{\text{эт}}$ = 0,2 мг.

Таблица 4

Данные, полученные на анализаторе

№№ каналов	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35
Число импуль- сов в каналах для пробы	7832	7680	8007	9562	11588	12477	10948	8036	5498	4348	4072	4756
Число импуль- сов в каналах для эталона	146	312	618	1095	1521	1378	868	394	146	128	96	72

1. Сумма импульсов в каналах аналитического пика (каналы 26-31): $\sum_{n=1}^6 = 8007 + 9562 + 11588 + 12477 + 10948 + 8036 = 60618.$

2. Уровень фона слева от пика $N_0 = 7680$ (канал 25)

3. Уровень фона справа от пика $N_7 = 5498$ (канал 32)

4. Фон для области аналитического пика:

$$\gamma \frac{n(N_0 + N_7)}{2} = 0,95 \frac{6(7680 + 5498)}{2} = 0,95 \cdot 39534 = 37557$$

5. Число импульсов в фотопике с учетом фона:

$$N_{\text{пр}} = \sum_{n=1}^6 \gamma \frac{n(N_0 + N_7)}{2} = 60618 - 37557 = 23061$$

6. Сумма импульсов в каналах аналитического пика для эталона (каналы 26-31):

$$\sum_{n=1}^6 = 618 + 1095 + 1521 + 1378 + 868 + 394 = 5874$$

7. Уровень фона для эталона слева от фотопика - 312 (канал 25).

8. Уровень фона для эталона справа от фотопика - 146 (канал 32).

9. Фон для области аналитического фотопика эталона:

$$\frac{n(N_0+N_7)}{2} = \frac{6(312 + 146)}{2} = 1374$$

10. Число импульсов в фотопике эталона с учетом фона:

$$N_{\text{эт}} = \sum_{n=1}^6 - \frac{n(N_0-N_7)}{2} = 5874 - 1374 = 4500$$

11. Отношение числа импульсов в фотопиках пробы и эталона при одинаковом времени измерения ($t_{\text{эт}} = t_{\text{пр}}$):

$$\frac{N_{\text{пр}}}{N_{\text{эт}}} = \frac{23061}{4500} = 5,12$$

12. Коэффициент А:

$$A = C_{\text{эт}} \cdot K_{\text{эт}} \cdot h \cdot 10^3 = 0,2 \cdot 3,8 \cdot 1,12 \cdot 1000 = 851$$

13. Содержание золота в пробе № 208305

$$C_{\text{пр}} = \frac{N_{\text{пр}}}{N_{\text{эт}}} \cdot \frac{t_{\text{эт}}}{t_{\text{пр}}} \cdot \frac{C_{\text{эт}} \cdot K_{\text{эт}} \cdot h \cdot 10^3}{P_{\text{пр}}} = \frac{5,12 \cdot 851}{249} = 17,5 \text{ г/т}$$

Записи вносят в рабочий журнал, форма которого дана в табл.5.

Таблица 5

Рабочий журнал

Наименование месторождения (объекта)

Эталонировочный коэффициент - $K_{\text{эт}}$

Коэффициент экранирования - h

Содержание золота в эталоне - $C_{\text{эт}}$

№ п/п	Дата обду-изме- нения	№ контей- нера	№ пробы	Вес пр(г)	$\frac{N_{\text{пр}}}{N_{\text{эт}}}$	Коэф- фици- ент A	Содер- жание золота $C_{\text{пр}}(г/т)$	Приме- чание
----------	-----------------------------	----------------------	------------	--------------	---------------------------------------	----------------------------	---	-----------------

Техника безопасности

При облучении проб контролируют с помощью дозиметрических приборов мощность дозы нейтронного и гамма-излучения на рабочем месте, которая не должна превышать допустимого

уровня 8, 10, II. Сотрудники должны иметь кассеты индивидуального дозиметрического контроля^{II} по бета-, гамма- и нейтронному излучению.

Рабочее помещение должно быть удалено от защищенного канала реактора, чтобы на рабочих местах не наблюдалось нейтронного излучения. Активные пробы при прохождении пневмотрасс и при измерениях должны также находиться в защищенных местах. Дозиметрический контроль в реальных условиях показал, что гамма-излучение на рабочих местах не превышает допустимых норм, установленных для лабораторий по второму классу. При захоронении после дополнительной двухмесячной выдержки максимальная суммарная активность суточной партии в 300 проб должна составлять по изотопам ^{59}Fe ($T_{1/2} = 46$ дней) - 12 μCi ; ^{46}Sc ($T_{1/2} = 83$ дня) - 30 μCi ; ^{60}Co ($T_{1/2} = 5,27$ года) - 3 μCi .

При работе с электронной и высоковольтной аппаратурой должны соблюдаться правила работы с этими приборами⁹. Все приборы должны быть заземлены.

Литература

1. Алиев А.И., Дрынкин В.И., Лейпунская Д.И., Касаткин В.А. Ядерно-физические константы для нейтронно-активационного анализа. Справочник. Атомиздат, М., 1969.
2. Боуэн Г., Гиббонс Л. Радиоактивационный анализ. Атомиздат, М., 1968.
3. Кузнецов Р.А. Активационный анализ. Атомиздат., М., 1967.
4. Лобанов Е.М., Миранский И.А., Позычанюк В.Ф., Сайфутдинова Д.Г. и др. В сб. "Активационный анализ горных пород и других объектов". Изд."ФАН", Ташкент, 1967.
5. Лобанов Е.М., Миранский И.А., Тепляков Р.В., Янковский А.В., В сб. "Активационный анализ в народном хозяйстве", изд-во "ФАН", Ташкент, 1974.
6. Маслов И.А., Лукницкий В.А. Справочник по нейтронному активационному анализу. "Наука", Л., 1971.
7. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ, Москва, ВИМС, 1975.

№ 153-ЯФ

8. Нормы радиационной безопасности (НРБ-69), М., Атомиздат, 1972.

9. Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей. М., Атомиздат, 1974.

10. Сивинцев В.В. Радиационная безопасность на ядерных реакторах. Атомиздат, М., 1967.

11. Срапионов А.С. Радиоактивность и дозиметрический контроль. Изд. "ФАН", Ташкент, 1968.

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

Заказ № 31. Л-93962. 17/УП-78г. Объем 1,2 уч.-изд.л.
Тираж 450

Ротапринт ОЭП ВИМСа

"УТВЕРЖДАНО"

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

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

КЛАССИФИКАЦИЯ
ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Категория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Коэффициент к допустимому среднеквадратичному отклонению
Коэффициенты допустимых отклонений	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	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 определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	I-2
У	У Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
	УI Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
УII	УII Полукомпенсированный анализ	Воспроизводимость определения 4-10 пар (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68%	
	УIII Качественный анализ	Точность определения не нормируется	

* См. методические указания "Методы лабораторного контроля качества аналитических работ", М., МИС, 1975 г.