

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



Научный совет по аналитическим
методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 147-ЯФ

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ
И СТРОНЦИЙ

Москва
1977

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 № 147-ЯФ

НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
СТРОНЦИЯ, ЛАНТАНА, ЦЕРИЯ, НЕОДИМА, САМАРИЯ,
ЕВРОПИЯ, ТЕРБИЯ, ИТТЕРБИЯ И ЛЮТЕЦИЯ В АПАТИТ-
НЕФЕЛИНОВОЙ РУДЕ И ПРОДУКТАХ ЕЕ ТЕХНОЛО-
ГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ
Ge(Li) ГАММА-СПЕКТРОМЕТРА

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)
Москва, 1977

В соответствии с приказом Мингeo СССР № 496 от 29 октября 1976 г. инструкция № 147-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам для анализа рядовых проб - III категории.

(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 № 147-ИФ рассмотрена в соответствии с приказом Мингэо СССР № 496 от 29.Х.1976 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 28 от 19.1.76) и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 августа 1977 г.

НЕЙТРОНО-АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТРОНЦИЯ, ЛАНТАНА, ЦЕРИЯ, НЕОДИМА, САМАРИЯ, ЕВРОПИЯ, ТЕРБИЯ, ИТТЕРБИЯ И ЛЮТЕЦИЯ В АПАТИТ-НЕФЕЛИНОВОЙ РУДЕ И ПРОДУКТАХ ЕЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ $Ge(Li)$ -ГАММА-СПЕКТРОМЕТРА^{х)}

Сущность метода

Методика, разработанная Е.И. Зайцевым, Ю.П. Сотсковым, Б.А. Бахматовым, С.М. Ляпуновым, В.Г. Лаптевым и Р.С. Резниковым, заключается в облучении исследуемых проб в реакторе тепловыми нейтронами и в последующем измерении наведенного гамма-излучения образцов на $Ge(Li)$ -гамма-спектрометре 3, 9, II.

При облучении большей части элементов тепловыми нейтронами на ядрах их стабильных изотопов протекает реакция радиационного захвата (n, γ), в результате которой образуется радиоактивный изотоп исходного элемента, обычно испускающий бета-излучение и сопутствующее ему гамма-излучение, например: $^{139}La(n, \gamma) ^{140}La \xrightarrow{\beta} ^{140}Ce$ (стаб)

Испускаемое гамма-излучение имеет характерный для каждого радиоизотопа спектр, по которому его можно идентифицировать, а наведенная активность характеризует содержание элемента в пробе.

Для анализа используют долгоживущие радиоизотопы с периодом полураспада более одного дня, что позволяет выполнять анализ в лабораториях, удаленных от реактора.

Для определения La, Ce, Nd, Sm, Eu, Tb, Yb, Lu и Sr пробы и эталоны, упакованные в пакетики из полиэтиленовой пленки, облучают в каналах реактора тепловыми нейтронами с плотностью потока порядка $1 \cdot 10^{13}$ нейtron / (cm^2 сек) в течение 4-6 часов.

х) Внесена в НСАМ лабораториями ядерно-физических методов ИМГРЭ и БГЭ.

Наведенную активность измеряют с помощью гамма-спектрометра, в комплект которого входит Ge(Li)-детектор, спектрометрическая электронная стойка СЭС-2-02 и многоканальный амплитудный анализатор. Высокое энергетическое разрешение Ge(Li)-гамма-спектрометра (4-8 кэв для гамма-линий ^{60}Co с энергией 1,33 мэв) позволяет измерять аналитические линии практически без помех со стороны близких по энергии гамма-линий других изотопов.

В таблице I для каждого определяемого элемента указаны те радиоизотопы, по которым он определяется, энергия рекомендуемой аналитической линии гамма-излучения, продолжительность остиивания, а также мешающие элементы, гамма-излучение которых попадает в энергетическую область аналитической линии определяемого элемента^{2,4}. Эквивалент определяемого элемента (графа 10) указывает, на какую относительную величину завышается результат определения, если содержание мешающего элемента равно содержанию определяемого. Например, если в пробе присутствует 1% урана, то при содержании лантана в пробе 1% результат его определения будет завышен на 29%.

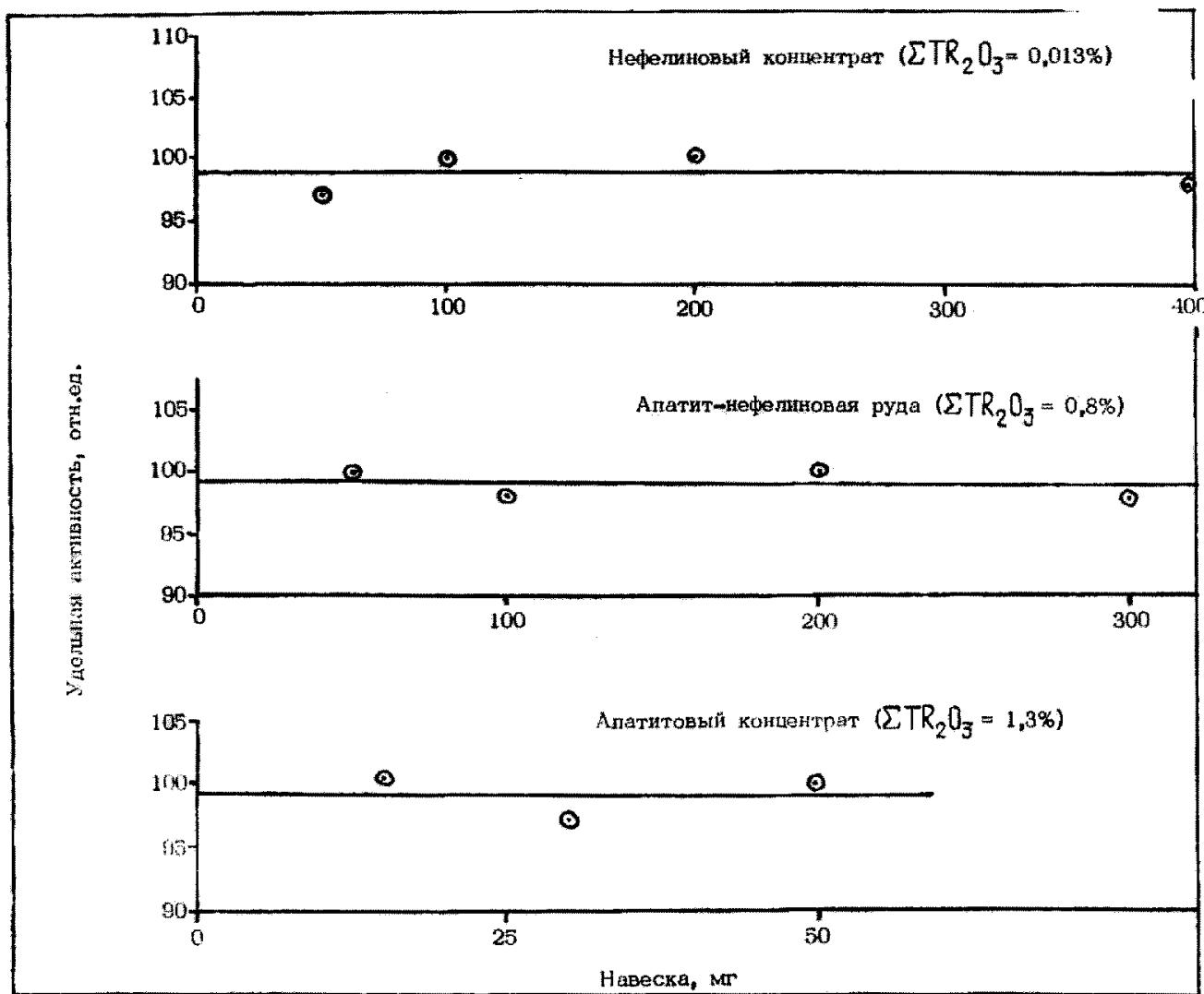
При анализе апатит-нефелиновых руд влияние мешающих элементов в основном незначительно и может не учитываться. Это видно из таблицы 2, в которой указан интервал содержаний в рудах определяемых и мешающих элементов, а также величины возможных погрешностей, обусловленных наличием мешающих элементов. При определении тория вклад европия в фотопики ^{160}Tb можно определить по соотношению линий 122 кэв и 296 кэв ^{152}Eu , 122 кэв ^{152}Eu и 873 кэв ^{154}Eu ; вклад ^{233}Ra в линии ^{160}Tb с энергией 299 кэв учитывают по γ -линии 312 кэв ^{233}Ra .

Если в качестве стандарта используют среднюю пробу апатит-нефелиновой руды, то указанные в табл.2 погрешности уменьшаются в несколько раз.

Порог чувствительности определения элементов в пробах апатит-нефелиновой руды при использовании Ge(Li)-детектора объемом 50 см³, навеске пробы 100 мг² и продолжительности измерения 15 минут, рассчитанный по критерию 2,8 σ , где

σ -стандартное отклонение в результатах анализа на пороге чувствительности^{1,5} равен $6,6 \cdot 10^{-3} \%$ La_2O_3 ; $8,0 \cdot 10^{-3} \%$ CeO_2 ;

⁴⁾При навеске 100 мг самозканирование нейтронного потока незначительно, и его можно не учитывать (см.рис.1).



a:

Основные ядерно-физические характеристики определяемых элементов и влияние на их интерферирующих линий

Таблица I

Определяемый элемент	Радиоизотоп	Период полу-распада	Энергия аналитической линии, кэВ	Продолжительность оставления, дни	Межлинейки элементы		Радиоизотоп	Период полу-распада	Энергия интерферирующих линий, кэВ	Эквивалент определяемого элемента			
					1	2	3	4	5	6	7	8	9
Лантан	^{140}La	40,2 час.	329	7-10	Уран		$^{140}\text{Ba} (^{140}\text{La})$		12,8 дня		329		0,29
Церий	^{141}Ce	32,5 дня	145	20-25	Железо		^{59}Fe		45,6 дня		142		$2 \cdot 10^{-4}$
					Уран		^{141}Ce		32,5 дня		145		0,34
Неодим	^{147}Nd	II,06 дня	53I	20-25	Кадмий		^{115}Cd		53,5 час.		530		0,36
					Уран		^{147}Nd		II,06 дня		53I		0,2
Самарий	^{153}Sm	46,8 час.	103	7-10	Тантал		^{182}Ta		II5,1 дня		100		0,09
					Гадолиний		^{153}Gd		242 дня		97; 103		$3 \cdot 10^{-3}$
					Уран		$^{239}\text{U} (^{239}\text{Np})$		2,35 дня		106		0,04
					Торий		$^{233}\text{Th} (^{233}\text{Pa})$		27 дней		98,4		0,06
Европий	^{152}Eu ^{154}Eu	12,7 года 16 лет	I22 + I23	20-25	Селен		^{75}Se		120,4 дня		12I		$1 \cdot 10^{-3}$
					Барий		^{133}Ba		12 дней		124		$1 \cdot 10^{-4}$
Тербий	^{160}Tb	72,1 дня	879	20-25	Европий		^{154}Eu		16 лет		873		0,02
			299	20-25	Серебро		^{110}Ag		250,4 дня		885		0,03
					Европий		^{152}Eu		12,7 года		296		0,02
					Торий		$^{233}\text{Th} (^{233}\text{Pa})$		27 дней		300		0,05
Иттербий	^{173}Tb	4,2 дня	396	7-10	Тербий		^{160}Tb		72,1 дня		392		0,01
					Неодим		^{147}Nd		II,07 дня		398		$1,6 \cdot 10^{-4}$
					Уран		^{147}Nd		II,07 дня		396		$3,2 \cdot 10^{-5}$
Лютений	^{177}Lu	6,74 дня	208	7-10	Уран		$^{239}\text{U} (^{239}\text{Np})$		2,35 дня		209		$2,9 \cdot 10^{-3}$
Стронций	^{89}Sr	64 дня	514	20-25	Натрий		^{24}Na		15 час.		51I		$5 \cdot 10^{-6}$

—

—

Влияние мешающих элементов при выбранных
условиях анализа

Определяемые элементы	Мешающие элементы	Отн. погрешность определения, вызываемая мешающим элементом, %	
алемент	интервал со- держаний, %	алемент	интервал содер- жаний, %
Лантан	0,01-0,5	Уран	$2-4 \cdot 10^{-4}$
Церий	0,02-0,5	Уран	$2-4 \cdot 10^{-4}$
		Железо	1-2
Неодим	0,02-0,2	Кадмий	$n \cdot 10^{-6}$
		Уран	$2-4 \cdot 10^{-4}$
Самарий	0,001-0,02	Тантал	$2-3 \cdot 10^{-4}$
		Гадолиний	$0,001-0,02$
		Уран	$2-4 \cdot 10^{-4}$
		Торий	$0,5-1,5 \cdot 10^{-3}$
Европий	$2 \cdot 10^{-4}-1 \cdot 10^{-2}$	Селен	$n \cdot 10^{-6}$
		Барий	$n \cdot 10^{-2}$
Тербий (по линии 299 кэв)	$1 \cdot 10^{-4}-2 \cdot 10^{-3}$	Европий	$2 \cdot 10^{-4}-5 \cdot 10^{-3}$
		Торий	$0,05-1,5 \cdot 10^{-3}$
Тербий (по линии 879 кэв)	$1 \cdot 10^{-4}-2 \cdot 10^{-3}$	Европий	$2 \cdot 10^{-4}-5 \cdot 10^{-3}$
		Серебро	$n \cdot 10^{-5}$
Иттербий	$2 \cdot 10^{-4}-2 \cdot 10^{-3}$	Тербий	$1 \cdot 10^{-4}-2 \cdot 10^{-3}$
		Неодим	$0,02-0,2$
		Уран	$2-4 \cdot 10^{-4}$
Лантан	$1 \cdot 10^{-5}-1 \cdot 10^{-3}$	Уран	$2-4 \cdot 10^{-4}$
Стронций	0,2-2,0	Натрий	$1-3$
			$2 \cdot 10^{-2}-2 \cdot 10^{-4}$

х) Влияние тория учитывают по линии ^{233}Ra .

0,015% Nd_2O_3 ; $6,6 \cdot 10^{-4}\%$ Sm_2O_3 ; $1,8 \cdot 10^{-4}\%$ Eu_2O_3 ; $0,7 \cdot 10^{-4}\%$ Tb_2O_3 ; $2,0 \cdot 10^{-4}\%$ Yb_2O_3 ; $2,0 \cdot 10^{-5}\%$ Lu_2O_3 ; 0,13% SrO.

Методика опробована на образцах апатит-нефелиновой руды Кольского полуострова и продуктах ее технологической переработки с содержаниями La_2O_3 от 0,01 до 0,3%; CeO_2 от 0,02% до 0,4% Nd_2O_3 от 0,02 до 0,2%; Sm_2O_3 от 0,001 до 0,02%; Eu_2O_3 от 0,0002 до 0,01%; Tb_2O_3 от 0,00007 до 0,002%; Yb_2O_3 от 0,0002 до 0,002%; Lu_2O_3 от 0,00002 до 0,0002%; SrO от 0,2 до 2,0%: и рекомендуется для определения этих элементов в указанных интервалах содержаний по III категории.

Расхождения между повторными определениями стронция укладываются в допустимые расхождения Инструкции по внутрилабораторному контролю⁵ (табл.3). Для прочих элементов утвержденных допустимых расхождений не имеется.

Таблица 3

Допустимые расхождения⁵

Содержание SrO, %	Допустимые расхождения, отн. %
1- 1,99	28
0,5-0,99	36
0,1-0,499	44

В табл.4 приведены фактические расхождения между повторными определениями по данным авторов инструкции.

Таблица 4

Расхождения между повторными определениями
по данным авторов

Элемент	Содержание, %	Фактич. расхожде- ния, отн. %	Запас точно- сти
		Дэксп	Хдоп/Дэксп
Стронций (SrO)	1 - 1,99 0,5 - 0,99 0,2 - 0,49	16,8 28,6 40	1,65 1,25 1,10
Лантан (La ₂ O ₃)	0,2 - 0,499 0,1 - 0,199 0,05 - 0,099 0,02 - 0,049 0,01 - 0,019	12,6 23 16 25,5 40	
Церий (CeO ₂)	0,2 - 0,499 0,1 - 0,199 0,05 - 0,099 0,02 - 0,049	13,2 16 15,4 23,2	
Неодим (Nd ₂ O ₃)	0,1 - 0,199 0,05 - 0,099 0,02 - 0,049	37,5 33,2 52	
Самарий (Sm ₂ O ₃)	0,01 - 0,019 0,005 - 0,0099 0,002 - 0,0049 0,001 - 0,0019	21,3 21 33 40	
Европий (Eu ₂ O ₃)	0,005 - 0,0099 0,002 - 0,0049 0,001 - 0,0019 0,0005 - 0,00099 0,0002 - 0,00049	II 18,9 26 29 42	
Тербий (Tb ₂ O ₃)	0,001 - 0,0019 0,0005 - 0,00099 0,00005 - 0,00049	34 37 90	
Иттербий (Yb ₂ O ₃)	0,001 - 0,0019 0,0005 - 0,00099 0,0002 - 0,00049	47 46 60	
Лютений (Lu ₂ O ₃)	0,0001 - 0,00019 0,00005 - 0,000099 0,00001 - 0,000049	68 53 80	

Реактивы и материалы

№ 147-ЯБ

1. Образцовые спектрометрические гамма-источники (ОСИ)
2. Полиэтиленовая пленка высокого давления (типа ВД)
3. Спирт-ректификат
4. Фильтры обеззоленные

Аппаратура и оборудование

I. Гамма-спектрометр, в комплект которого входят Ge(Li)-детектор типа ДГДК с чувствительным объемом 30-60 см³ и спектрометрическая электронная стойка СЭС-2-02.

2. Многоканальный амплитудный анализатор типа АИ-128, АИ-256, АИ-1024, АР-4840 или др.

3. Свинцовые контейнеры для перевозки облученных проб типа КЛ-12,8 и КЛ-15,3.

4. Комплект свинцовых блоков БС-50 или БС-100.

5. Переносные контейнеры типа 4КТ, 10КТ, КИЗ-24М или др.

6. Бокс для разборки облученных проб типа 6К-НЖ, НПВ или др.

7. Инструмент дистанционный типа ИД

8. Торзиональные весы марки ВТ-200

9. Аналитические весы марки ВЛА-200г-М или др.

10. Блок-контейнеры⁹ из алюминия марки А-995

II. Пинцеты, щипатели

12. Электронагревательный штамп⁶.

Ход анализа

1. Приготовление проб

Навеску измельченной до 200 меш пробы 50-100 мг помещают в пакетик, сваренный из двух дисков полиэтилена с помостью электронагревательного штампа⁶. Пакетик с пробой и диск из фильтровальной бумаги, на котором простым карандашом надписывают номер пробы, покрывают сверху и снизу дисками из полиэтилена и заваривают электрощипом.

Приготовленные таким образом пробы (30-50 шт.) помещают в стандартный алюминиевый блок-контейнер⁹, прокладывая между пакетиками диски из обеззоленной фильтровальной бумаги для предохранения проб от слипания во время облучения. Эталонные пробы, обычно три штуки по 50-100 мг, упакованные таким же образом, располагают изнанкой по высоте блок-контейнера

между исследуемыми образцами. Такое расположение эталонов позволяет контролировать вариации плотности нейтронного потока по высоте блок-контейнера.

2. Рабочие эталоны

В качестве рабочих эталонов рекомендуется использовать пробу апатит-нефелиновой руды, апатитового или сфенового концентратов с надежно установленными несколькими методами содержаниями исследуемых элементов. В табл. 5 даны содержания определяемых элементов в сфеновом концентрате, который использовался в качестве эталонной пробы.

Таблица 5

Содержание элементов в сфеновом концентрате^{х)}
(г/т)

	La ₂ O ₃	CeO ₂	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Eu ₂ O ₃	Tb ₂ O ₃	Yb ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃	SrO
I750	3650	1250	260	78	14	12	1,7	8400	

При определении стронция эталоном может служить чистый окись стронция: навеска в данном случае составляет приблизительно 5 мг.

3. Облучение проб

Блок-контейнеры с образцами и эталонами облучают в каналах реактора с плотностью потока тепловых нейтронов $1 \cdot 10^{13}$ нейтрон/см²сек) в течение 4-6 часов. Для спада активности короткоживущих радиоизотопов (²⁴Na, ⁵⁶Mn, ^{152m}Eu и др.) контейнеры с пробами после облучения выдерживают в специально оборудованном хранилище⁷ в течение семи дней. Затем пробы разбирают в боксе на партии по 7-10 штук и направляют для измерения на гамма-спектрометре.

х) Содержание элементов установлено многократным нейтронно-активационным и рентгеноспектральным анализом. Этalonами служили чистые окислы элементов или их растворы: точность определений составляет 5-7% отн.

4. Подготовка прибора

Спектрометр настраивают с помощью образцовых спектрометрических гамма-источников (ОСТИ) или предварительно прокалиброванного генератора стандартной амплитуды, входящего в комплект спектрометрической электронной стойки СЭС-2-02¹⁰. Спектрометр настраивают таким образом, чтобы на один канал анализатора приходилось 1-1,5 кэв. Так, например, при определении лантана, самария, иттербия и лютения по гамма-линиям 329 кэв ^{140}La , 103 кэв ^{153}Sm , 396 кэв ^{175}Yb и 208 кэв ^{177}Lu спектрометр настраивают с помощью источников ^{241}Am (энергия γ -линий 59,6 кэв), ^{57}Co (энергия γ -линий 122 кэв и 136 кэв), ^{203}Hg (энергия γ -линий 279 кэв) и ^{22}Na (используют одну γ -линию с энергией 511 кэв), входящих в комплект ОСТИ.

Чтобы исключить ухудшение энергетического разрешения спектрометра, при выборе условий измерения обеспечивают нормальную загрузку усилительного тракта аппаратуры (допустимая загрузка спектрометра по входу составляет $1 \cdot 10^4$ имп/сек). Импульсная загрузка контролируется по интенсивитету анализатора или по его таймерному каналу. "Мертвое время" анализатора не должно превышать 10-15%. Для выполнения этого требования геометрические условия измерений устанавливают, изменения расстояния между источником и детектором.

Экспозиции устанавливают по "живому времени" таймерного канала анализатора.

5. Определение содержания элементов

Содержание элементов в исследуемой пробе определяют относительным методом – сравнением с известным содержанием элемента в эталонном образце.

Интенсивность гамма-линий ^{153}Sm , ^{140}La , ^{175}Yb , и ^{177}Lu измеряют через 7-10 дней после облучения образцов, остальных радионизотопов – через 20-25 дней. Интенсивность излучения исследуемых и эталонных образцов измеряют в одинаковых геометрических условиях. Продолжительность одного измерения обычно составляет 15-20 минут.

При определении интенсивности гамма-линий радиоизотопов лантана и самария эталоны измеряют через каждые два часа и для расчета берут среднюю величину интенсивности линий, полученную при двух ближайших измерениях. Для остальных элементов достаточно измерять интенсивность излучения эталона в начале и в конце рабочей смены.

Тербий при наличии анализатора с числом каналов 800 и более рекомендуется определять по γ -линии с энергией 879 кэв $^{160}\text{ Tb}$. При использовании анализаторов с меньшим числом каналов тербий целесообразно определять по γ -линии с энергией 299 кэв: это позволяет определять его одновременно с теми элементами, которые определяются через 20-25 дней после облучения. Вклад мешающего излучения в аналитический пик $^{160}\text{ Tb}$ (табл. I) учитывают по соотношениям γ -линий долгоживущих радиоизотопов европия ($\frac{122+123}{296}$ кэв, $\frac{122+123}{873}$ кэв) и радиоизотопа ^{233}Ra ($\frac{312}{300}$ кэв). Эти соотношения рассчитывают по результатам измерений активированных препаратов европия и тория. Например, при определении тербия по γ -линии с энергией 299 кэв $^{160}\text{ Tb}$ отношение площадей линий ^{233}Ra при использовании описанного гамма-спектрометра и расстоянии образец-детектор, равном 10 см, составляет 5,4. Влияние европия не учитывают, так как его вклад незначителен (см.табл.2).

По полученным на цифропечатающем устройстве (ЦПУ) анализатора данным подсчитывают число импульсов в каналах пика и из суммы вычтывают фон комитоновского распределения, который определяется по среднему уровню слева и справа от пика (табл.6).

Содержание элемента в исследуемой пробе ($C_{\text{пр}}$) рассчитывают по формуле:
$$C_{\text{пр}} = \frac{N_{\text{пр}} \cdot P_{\text{эт}} \cdot C_{\text{эт}} \cdot t_{\text{эт}}}{N_{\text{эт}} \cdot P_{\text{пр}} \cdot t_{\text{пр}}}, \text{ где}$$

$N_{\text{пр}}$ и $N_{\text{эт}}$ - число зарегистрированных в пике аналитической линии импульсов для пробы и для эталона;

$P_{\text{пр}}$ и $P_{\text{эт}}$ - навеска пробы и эталона, мг;

t_{np} и t_{st} — продолжительность измерения интенсивности излучения пробы и эталона, минуты;
 C_{st} — содержание элемента в эталоне, %.

Таблица 6

Пример расчета

В табл. 6 приведены данные, полученные на анализаторе для области аналитического пика ^{140}La с энергией 329 кэв.

Таблица 6

Данные, полученные на анализаторе

№ канала	1	230	231	232	233	234	235	236	237	238	239
Число импульсов в канале	836	823	829	835	810	838	846	889	976	II40	
№ канала	240	241	242	243	244	245	246	247		248	249
Число импульсов в канале	I890	2572	2944	2157	I542	II30	825	780		762	770
№ канала	250	251	252	253							
Число импульсов в канале	761	759	769	758							

1. Сумма импульсов в каналах аналитического пика (236–247 каналы): $\Sigma = 846 + \dots + 780 = I769I$

2. Уровень фона слева от пика (231–235 каналы):

$$\frac{823+829+835+810+838}{5} = 827$$

3. Уровень фона справа от пика (248 – 252 каналы):

$$\frac{762+770+761+759+769}{5} = 764$$

4. Фон для области аналитического пика (236–247 каналы, всего 12 каналов)

$$\Sigma_{\text{комп.}} = \frac{827+764}{2} \cdot 12 = 9546$$

5. Число импульсов

в пике: $N = \Sigma - \Sigma_{\text{комп.}} = I769I - 9546 = 8I45$

Схема записи и расчет содержания определяемых элементов показана в табл. 7.

Таблица 7

Форма записи при инструментальном нейтронно-активационном анализе

Служение – № 101:

Плотность потока $1,2 \cdot 10^{13}$ нейтрон/(см^2 сек);

Продолжительность облучения - 6 часов:

Дата обнуления - 5. IX. 75

№ п/п	Направление изменения	Вес пробы P, мг	Продолжи- тельность измерения t, мин.	Опреде- ляемый элемент	Сумма импульсов в каналах пика Σ , имп.	Фон комит. деления под ни- комп. КОМ. КОМ.	Число импульсов в пике $N = \Sigma - \Sigma_{\text{комп.}}$	$\left(\frac{N}{P \cdot t} \right)^{\text{xx}}$	Содержание элемента Спр., %	Примечание
1. Эталон АНО-1	SI	10		Лантан	I7691	9546	8145	Дата измерения - 12.IX.75 26,27 0,285	см.табл.6	
				Самарий	35562	18726	16636	54,31 0,026		
				Иттербий	9530	7777	1753	5,65 0,0012		
				Лантан	I0120	8020	2100	6,77 0,00017		
2. Образец 2509	I0C	20		Лантан	31360	15996	I5364	7,68 0,083	см.ниже расчет	
				Самарий	52682	23642	29040	I4,52 0,007		
				Иттербий	29436	23400	6036	3,028 0,0006		
				Лантан	36698	33424	3274	I,64 0,00004		
SI Эталон АНО-1	SI	10		Церий	39960	I2130	27830	Дата измерения 25.IX.75 89,77 0,365		
				Неодим	9226	5430	3796	I2,24 0,125		
				Европий	28223	I3640	I4583	47,04 0,0078		
				Тербий	I5266	I0003	5263	I6,98 0,0014		
				Стронций	8850	5229	3621	I,68 2,6		
52 Образец 2509	I00	20		Церий	I49728	34468	I15260	57,63 0,230		
				Неодим	29284	I7979	I1305	5,65 0,058		
				Европий	76009	36909	39100	I9,55 0,0032		
				Стронций	24264	I4152	I0112	5,06 I,I		
				Торий (линия 44821 312 кэв)	40155	4666:5,4 ^{xx})=864				
				Тербий	38017	21372	I6645-864=I5781 ^{xxx})	7,89 0,00065		
				Расчет коэффициента для учета вклада линии 300 кэв ^{233}Ra (торий) в линии 299 кэв ^{160}Tb						
Торий (ThO_2)	2,2	10		Торий (линия 312 кэв)	25162	I0780	I4382	I4382 : 2663 = 5,40		
				Торий (линия 300 кэв)	I2038	9375	2663			

х) Промежуточные вычисления для удобства расчета.

1) 5.4- коэффициент для учета вклада торфа в линии 299 кэв ¹⁶⁰тв (см.стб.12).

28. *ENTOM. BREVIA. FORM.*

Пример расчета содержания лантана в образце 2509: $C_{\text{нр}} = \frac{N_{\text{нр}} \cdot F_{\text{ЭТ}} \cdot C_{\text{ЭТ}} \cdot t_{\text{ЭТ}}}{N_{\text{ЭТ}} \cdot P_{\text{нр}} \cdot t_{\text{нр}}} = \frac{15364 \cdot 31 \cdot 0,285 \cdot 10}{8145 \cdot 100 \cdot 20} = 0,083$.

Техника безопасности

При выполнении анализа необходимо соблюдать правила техники безопасности, предусмотренные при работе с радиоактивными источниками⁷.

При облучении образцов через объединение "Изотоп" доставка облученных проб осуществляется этой организацией. Если же активированные пробы перевозятся организацией, выполняющей анализ, то необходимо руководствоваться соответствующей инструкцией⁸.

При облучении активируются практически все элементы, содержащиеся в пробе; образующиеся радиоизотопы имеют самые различные периоды полураспада и обладают бета- и гаммаизлучением различной энергии.

Основную опасность представляет гамма-излучение радиоизотопа ^{24}Na ($T_{1/2} = 15$ час). Поэтому защиту транспортного контейнера рассчитывают, исходя из приблизительного содержания в пробах натрия.

Активность радиоизотопа ^{24}Na , образующегося при облучении 1 г природного элемента в потоке $1 \cdot 10^{13}$ нейtron/(см^2 сек) в течение шести часов, составляет 1,1 кюри. При использовании для транспортировки облученных проб контейнера КЛ-12,8 предельно допустимое количество натрия в пробах не должно превышать 0,14 г, то есть, при среднем содержании натрия в апатит-негеллиновых рудах 8% общий вес образцов в одном блок-контейнере не должен превышать 1,7 г (17 образцов по 100 мг). Применение контейнеров типа КЛ-15,3 позволяет увеличить число помещаемых в один блок-контейнер проб до шестидесяти.

Через 5-7 дней общая активность облученных проб падает до нескольких милликюри.

При работе с активированными образцами необходимо придерживаться следующих практических правил:

1. Пробы следует разбирать в боксе за свинцовой защитой с помощью пинцетов и резиновых перчаток;
2. Образцы запрещается брать руками: необходимо пользоваться пинцетами.

3. После измерения партию проб переносят в контейнере в хранилище;

4. Отработанные партии облученных образцов периодически отправляют на захоронение:

5. Загрязненный свинцовый контейнер, в котором перевозят блок-контейнеры с облученными пробами, очищают соляной кислотой с 1,19, ацетоном или другим дезактивирующим раствором; затем гнездо контейнера промывают водой и протирают фильтровальной бумагой.

Литература

1. Гунне Х.Э., Пелекис Л.Л. В сб."Нейтронно-активационный анализ" Рига,"Зиннатне", 1966, стр.5.
2. Джелепов Б.С., Кошкарова С.Ф. Гамма-кванты изотопов, применяемых в нейтронно-активационном анализе. М.Атомиздат, 1974.
3. Кузнецов Р.А. Активационный анализ. 2-е изд. М.Атомиздат, 1973.
4. Маслов И.А., Лукницкий В.А. Справочник по нейтронно-активационному анализу. Л."Наука", 1971.
5. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. М., ВИМС, НСАМ, 1975.
6. Нейтронно-активационное определение тантала в горных породах, рудах и минералах с Ge(Li)-спектрометром". Инструкция НСАМ № 132-ЯФ М.Д.1974.
7. Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений. М.Атомиздат, 1973.
8. Правила безопасности при транспортировании радиоактивных веществ (ПБТРВ 73). Атомиздат, 1974.
9. Сборник "Методы количественного анализа минерального сырья", вып.13, ВИМС. М.Д.1971.
10. Техническое описание и инструкция по эксплуатации спектрометрической установки СЭС-2-02.
- II. Якубович А.Л., Зайцев Е.И., Пржиялговский С.М. Ядерно-физические методы анализа минерального сырья М.Атомиздат, 1973.

Изъятые из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52-Х } № 53-Х }	№ 103-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

Заказ № 33. Л-83363. 28/Х-77г. Объем 0,7 уч.-изд.л.
Тираж 450

Ротапринт ОЭП ВИМСа

БИМСИС
Научный совет по
аналитическим методам
Г.А.Р. 1974г.

"УГРДИА АМ"
Начальник управление научно-
исследовательских организаций
Мингео СССР, член коллегии
25 декабря 1974г. Ч.Н.БАБЕРОВ

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 лабораторного контроля (см. Приложение)	0,33
II	Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 1,50\%$ Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 1,50\%$ Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения	1
III	Анализ рядовых проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определений не должны превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	1
IV	Анализ технологических продуктов	Среднеквадратичные отклонения результатов определений могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	1-2
V	Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
VI	Анализ видовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
VII	Полукомплексный анализ	Воспроизводимость определения 4-10 пар (интервалов) на один порядок содержаний с доверительной вероятностью 68%	
VIII	Качественный анализ	Точность определения не нормируется	

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