

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



Научный совет по аналитическим
методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 134-ЯФ

ЦЕЗИЙ

МОСКВА
1974

Выписка из приказа ГГК СССР № 229 от 18 мая 1964 года.

7. Министерству геологии и охраны недр Казахской ССР, главным управлением и управлениям геологии и охраны недр при Советах Министров союзных республик, научно-исследовательским институтам, организациям и учреждениям Госгеолкома СССР:

а) обязать лаборатории при выполнении количественных анализов геологических проб применять методы, рекомендованные ГОСТами, а также Научным советом, по мере утверждения последних ВИМСом.

При отсутствии ГОСТов и методов, утвержденных ВИМСом, разрешить временно применение методик, утвержденных в порядке, предусмотренном приказом от 1 ноября 1954 г. № 998;

в) выделить лиц, ответственных за выполнение лабораториями установленных настоящим приказом требований к применению наиболее прогрессивных методов анализа.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 3 § 8. Размножение инструкций на местах во избежание возможных искажений разрешается только фотографическим или электрографическим путем.

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ СССР
Научный Совет по аналитическим методам при ВИМСе

Ядерно-физические методы
Инструкция № 134-ЯФ

**ФЛУОРЕСЦЕНТИОНЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИ-
ЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦЕЗИЯ В ПОРОДАХ
И РУДАХ, СОДЕРЖАЩИХ ЦЕЗИЙ, И В ПРОДУ-
КТАХ ИХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ**

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)

Москва, 1974

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 134-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам для анализа рядовых проб - III категории.

/Протокол № 24 от 29.XI.73г./

Председатель НСАМ

В. Г. Сочаванов

Председатель секции
ядерно-физических методов

А. Л. Якубович

Ученый секретарь

Р. С. Фридман

Инструкция № 134-ЯФ рассмотрена
в соответствии с приказом Государ-
ственного геологического комитета
СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Науч-
ным советом по аналитическим мето-
дам /протокол № 24 от 29.XI.73г./
и утверждена ВИМСом с введением в
действие с 1 октября 1974 г.

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ЦЕЗИЯ В ПОРОДАХ И РУДАХ, СОДЕРЖАЩИХ ЦЕЗИЙ, И В ПРО-
ДУКТАХ ИХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ^X

Сущность метода

Цезий определяют флуоресцентным рентгенорадиометрическим
методом I, 3, 4 с использованием рентгенорадиометрического
анализатора "Минерал-3".

В настоящей инструкции описана разработанная А.А.Черно-
вой в 1973 г. методика определения цезия в тонких и в проме-
жуточных слоях.

Анализ ведут по K_{α} -линиям характеристического излу-
чения цезия, возбуждаемого радиоактивным источником излуче-
ния тулий-170. Аналитические линии цезия отделяют от линий
других элементов с помощью дифференциальных фильтров из
соединений таллура и сурьмы.

Определению цезия мешает таллур / K_{β} , K_{β_2} - линии/,

^X Внесена в НСАМ ядерно-физической лабораторией ОЭП ВИМСа,
1973 г.

в присутствии которого получаются завышенные результаты. Количество цезия, эквивалентное 1% теллура, составляет 0,25%. Теллур не является сопутствующим цезию элементом, поэтому ошибки, вызываемые наличием теллура, практически возможны в редких случаях.

Цезий определяют относительным методом, сравнивая интенсивность аналитических линий цезия, содержащегося в исследуемой и в эталонной пробах.

Метод рекомендуется для определения цезия в горных породах, минералах, цезиевых рудах и в продуктах их технологической переработки при содержании цезия от 0,01 до 30%. Цезий можно определять в промежуточных и в тонких слоях. Методику измерений выбирают в зависимости от конкретных условий /предполагаемое содержание цезия, количество анализируемого материала, требуемая точность анализа и др./.

При измерении в тонких слоях изменение вещественного состава пробы незначительно отражается на интенсивности аналитической линии¹.

При измерении в промежуточных слоях влияние состава пробы устраниют, применяя способ гипотетических эталонов /"подложки"/.

Методика измерения в тонких слоях /навеска пробы ~ 30 мг/ очень проста, производительна /20-25 определений в смену/ и рекомендуется для определения цезия в технологических продуктах при содержании его от 0,1 до 30%. Порог чувствительности при длительности измерения 16 минут и активности источника 0,1 г-экв. радия составляет 0,02% Cs .

Методика измерения в промежуточных слоях менее производительна /12 - 15 определений в смену/, но характеризуется лучшим порогом чувствительности, большей точностью определения и рекомендуется для определения цезия в породах, цезиевых рудах и в технологических продуктах /при необходимости большой точности/ при содержании цезия от 0,01 до 30%. Порог чувствительности при длительности измерения 18 минут и активности источника 0,1 г-экв. радия для навески 0,5 г составляет 0,01% цезия, для навески 2 г - - 0,006% цезия.

Практически методики опробованы в диапазоне 0,006-30% цезия.

Метод рекомендуется для определения цезия по III категории Классификации методов анализа. Расхождения между повторными определениями укладываются в допустимые расхождения инструкции по внутрилабораторному контролю² /табл. I/. Фактические расхождения между повторными определениями по данным авторов методики приведены в табл.2.

Таблица I

допустимые расхождения²

Содержание Cs ₂ O, %	Допустимые расхождения отн.%
0,2 - 0,499	40
0,1 - 0,199	50
0,05 - 0,099	60
0,02 - 0,049	70
0,01 - 0,019	83

Таблица 2

Коэффициент вариации V и расхождения между повторными определениями для 95%-ной доверительной вероятности /по данным авторов/

Содержание Cs ₂ O, %	Промежуточные слои		Тонкие слои	
	коэффици-ент вариа-ции V %	расхож-дения отн.%	коэффици-ент вариа-ции V %	расхож-дения отн.%
5	2,3	6,5	3,8	10,6
2 - 4,99	2,5	7,0	7,6	21,3
I - 1,99	2,4	6,7		
0,5 - 0,99	3,4	9,5		
0,2 - 0,499	4,8	13,5	II,4	31,9
0,1 - 0,199	8,3	23,2		
0,05 - 0,099	II,4	31,9		
0,02 - 0,049	21,0	58,8	22	61,6
0,01 - 0,019	25,0	70,0		
0,005-0,0099	29,5	82,6		

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦЕЗИЯ В ПРОМЕЖУТОЧНЫХ СЛОЯХ ПО СПОСОБУ "ПОДЛОЖКИ"

Реактивы и материалы

1. Барий углекислый для юстировки фильтров /5 г/
2. Цезий хлористый / 10 г/
3. Пятиокись сурьмы / 5 г/
4. Теллур металлический или двуокись теллура /3 г/
5. Парафин для лабораторных целей, очищенный /100 г/
6. Полистирол суспензионный марки "Б" /Кусковский химический завод/ или марки "ПС-С" /Горловский азотно-туровый завод/ по 0,5 г на пробу.
7. "Пустая" проба - кварцевый песок, не содержащий цезия.
8. Эталони - поллуцит и содержащие поллуцит пробы с надежно установленным содержанием цезия. Содержание цезия в эталонах и в анализируемых пробах должно быть близко, поэтому подбирают несколько эталонов: для измерения проб, содержащих до 1% Cs, используют эталон, содержащий 1-2% Cs; для содержаний 1-15% - эталон, содержащий 7-10%; для содержаний более 15% - эталон, содержащий 20-25% Cs .

Аппаратура и оборудование

1. Рентгенорадиометрический анализатор "Минерал-3" в комплектации, выпускаемой заводом³.
2. Радиоизотопный источник Ти -170 активностью 0,1-0,02 г-экв радиия.
3. Весы аналитические.
4. Пресс гидравлический на 200 кг/см², выпускаемый заводом "Физприбор".
5. Ступки агатовая и фарфоровая с пестиками.

Ход анализа

I. Приготовление проб, эталонов, подложки и дифференциальных фильтров

Анализируемые пробы, пустые пробы и эталоны прессуют в виде плоскопараллельных дисков-таблеток с одинаковой для всех и равномерной поверхностной плотностью. В качестве связующего вещества используют полистирол.

Навеску 0,5 г /или 2,0 г/ истертой до -200 меш пробы и 0,5 г полистирола всыпают в стакан для приготовления смесей, в который предварительно помещают металлическую шайбу³. Стакан закрывают крышкой и энергично встряхивают в течение полминуты. Полученную смесь засыпают в пресс-форму, разравнивают поворотом поршня и прессуют в течение 1 минуты под давлением 150 кг/см² /по манометру/. Спрессованную таблетку выталкивают из прессформы поршнем и маркируют ее мягким карандашом. Таблетку взвешивают с точностью 1-2 мг.

Подложки приготавливают также в виде таблеток из смеси хлористого цезия и полистирола. Для определения низких содержаний цезия смешивают 100 мг CsCl и 200 мг полистирола, для определения высоких содержаний - 250 мг CsCl и 200 мг полистирола.

Для большей прочности таблеток подложек, эталонов и пустых проб прессформу, в которой находится спрессованный материал, нагревают до ~150⁰С /на электроплитке до легкого испарения влаги на наружной стенке прессформы/ и снова слабо прессуют. Таблетку вынимают из остывшей прессформы.

Дифференциальные фильтры изготавливают из двуокиси теллура /или из металлического теллура/ и из пятиокиси сурьмы. Поверхностная плотность фильтров составляет 86 мг/см² для теллура и 90 мг/см² для сурьмы /в расчете на элемент/. Фильтры приготавливают и кюстируют, руководствуясь указаниями в инструкции к прибору³.

II. Подготовка прибора к работе

Прибор "Минерал-3" проверяют и настраивают на K_2 -линии цезия по прилагаемой к нему инструкции. Устанавливают такой коэффициент усиления и такую ширину окна дискриминатора, при которых статистическая погрешность анализа для данного интервала содержаний была бы минимальной. Величину статистической погрешности σ_c определяют по формуле:

$$\sigma_c = \sqrt{N'_{\text{эт}} + N''_{\text{эт}} \cdot C_{\text{эт}}},$$

$$N'_{\text{эт}} - N''_{\text{эт}}$$

где $N'_{\text{эт}}$ и $N''_{\text{эт}}$ - скорости счета от эталонной пробы, измеренные с обоими фильтрами;

$C_{\text{эт}}$ - содержание олова в эталонной пробе.

III. Определение содержания цезия

1. В одно из гнезд прободержателя устанавливают оправу с закрепленной в ней подложкой. В другое гнездо устанавливают пустую оправу.

2. Пробу помещают в третью оправу, которую ставят в гнездо прободержателя поверх пустой оправы.

3. Прободержатель вводят в штатив прибора и устанавливают его так, чтобы на пробу падало излучение источника.

4. Измеряют скорость счета /имп/мин/ от пробы с теллуровым / $N'_{\text{пр}}$ / и сурьмяным / $N''_{\text{пр}}$ / фильтрами. Затем оправу с пробой поворачивают на 180° и измеряют скорость счета с обоими фильтрами в обратном порядке / $N''_{\text{пр}}$, $N'_{\text{пр}}$ /.

5. Оправу с пробой помещают во второе гнездо прободержателя поверх оправы с подложкой и измеряют скорость счета с обоими фильтрами от пробы с подложкой / $N'_{\text{п+пр}}$ /

$N''_{\text{п+пр}}$ /.

В начале и в конце каждой серии проб измеряют эталонную пробу, "пустую" /нулевую/ пробу и подложку. При стабильно работающей аппаратуре эти измерения выполняют 2-3 раза в день.

Продолжительность измерения зависит от определяемого содержания цезия: 3-4 минуты на каждую операцию при измерении без подложки для проб, содержащих сотые процента цезия, 2 минуты для проб, содержащих десятые процента, 1 минута для проб, содержащих целые проценты и десятки процентов. Измерения с подложкой выполняют в течение 1 минуты с каждым фильтром.

Форма записи измерений показана в таблице 3.

IV. Вычисление результатов

Содержание цезия / $C_{пр}$ / в пробе рассчитывают по формуле:

$$C_{пр} = \frac{J_{пр} \cdot C_{эт} \cdot P_{эт}}{J_{эт} \cdot i_{пр} \cdot P_{пр}} \quad / \text{I} /$$

Величины, входящие в расчетную формулу /I/, определяют следующим образом:

I. По результатам измерений пустой, эталонной и исследуемой проб без подложки определяют среднюю разность скоростей счета с одним и с другим фильтрами:

$$\begin{aligned} \Delta_0 &= \left(\frac{N'_0 - N''_0}{t} \right)_{cp} \\ \Delta_{эт} &= \left(\frac{N'_{эт} - N''_{эт}}{t_1} \right)_{cp} \\ \Delta_{пр} &= \left(\frac{N'_{пр} - N''_{пр}}{t} \right)_{cp} \end{aligned}$$

где t - продолжительность измерения, мин.

2. Определяют значения $\mathcal{J}_{\text{пр}}$ и $\mathcal{J}_{\text{эт}}$, пропорциональные интенсивности излучения аналитических линий от исследуемой и от эталонной проб:

$$\mathcal{J}_{\text{пр}} = \Delta_{\text{пр}} - \Delta_0$$

$$\mathcal{J}_{\text{эт}} = \Delta_{\text{эт}} - \Delta_0$$

3. По результатам измерений скоростей счета от подложки с тем и другим фильтрами определяют интенсивность излучения аналитической линии от подложки / $\mathcal{J}_{\text{п}}$ /.

$$\mathcal{J}_{\text{п}} = N'_{\text{п}} - N''_{\text{п}}$$

4. По результатам измерений эталонной / $N_{\text{п+эт}}$ / и исследуемой / $N_{\text{п+пр}}$ / проб с подложкой определяют разницу скоростей счета с одним и другим фильтрами:

$$\Delta_{\text{п+эт}} = N'_{\text{п+эт}} - N''_{\text{п+эт}}$$

$$\Delta_{\text{п+пр}} = N'_{\text{п+пр}} - N''_{\text{п+пр}}$$

5. Определяют интенсивность излучения аналитической линии от подложки при экранировании ее эталонной / $\mathcal{J}_{\text{п,эт}}$ / и исследуемой / $\mathcal{J}_{\text{п,пр}}$ / пробами:

$$\mathcal{J}_{\text{п,эт}} = \Delta_{\text{п+эт}} - \Delta_{\text{эт}}$$

$$\mathcal{J}_{\text{п,пр}} = \Delta_{\text{п+пр}} - \Delta_{\text{пр}}$$

6. Вычисляют отношения $\frac{\mathcal{J}_{\text{п}}}{\mathcal{J}_{\text{п,эт}}}$ и $\frac{\mathcal{J}_{\text{п}}}{\mathcal{J}_{\text{п,пр}}}$, по табл.4

находят величины $A_{\text{эт}}$ и $A_{\text{пр}}$ и вычисляют величину.

$$I_{\text{пр}} = \frac{A_{\text{эт}}}{A_{\text{пр}}}$$

7. $P_{\text{эт}}$ и $P_{\text{пр}}$ - вес эталона и пробы.
Пример расчета всех величин приведен в табл.3.

Таблица 3

№/№ проб	Форма записи измерений																
	Измерения с подложкой, 10^{-3} имп					Измерение без подложки, 10^{-3} имп					$\Delta_{\text{пр}} =$	$\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$	$\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$	$A_{\text{пр}}$	$i_{\text{пр}}$	ρ	$\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$
	t мин.	фильтр	фильтр	$\Delta_{\text{пр}} =$	$\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$	t мин.	фильтр	фильтр	$N'_{\text{пр}} - N''_{\text{пр}}$	$\frac{(N'_{\text{пр}} - N''_{\text{пр}})}{t}$							
	N'	N''	$N'' - N'_{\text{пр}}$			N'	N''	$N'' - N'_{\text{пр}}$	$\frac{(N'_{\text{пр}} - N''_{\text{пр}})}{t}$	$\Delta_{\text{пр}} =$	$\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$	$\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$	$A_{\text{пр}}$	$i_{\text{пр}}$	ρ	$\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$	
Подложка	I	236,76	91,73	145,03							145,03						
Пустая проба					3	129,02	128,95	0,07	$\Delta_{\text{пр}} = 0,09$								
					9	127,58	127,11	0,47									
Эталон 3,92%	I	357,31	155,27	202,04	I	212,66	95,13	117,53	116,97	85,07	116,88	1,71	$A_{\text{эт}} = 1,293$		0,92		
					I	210,91	94,50	116,41									
Проба I 1		318,69	141,12	177,57	I	162,64	77,26	85,38	84,27	93,30	84,18	1,56	1,243	1,04	0,998	2,82%	
					I	160,44	77,28	83,16									
Проба 2 I		240,87	115,71	125,16	2	111,62	91,80	19,82	10,15	115,01	10,06	1,26	1,120	1,15	0,990	0,30%	
					2	110,57	89,78	20,79									

Таблица 4

Коэффициенты $A_{\text{пр}}$ /или $A_{\text{эт}}$ / для различных отношений $\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$ (или $\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$)

$\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$	Значения коэффициента $A_{\text{пр}}$ ($A_{\text{эт}}$)										Значения поправки $X \cdot 10^3$							
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08
1,0	1,048	1,094	1,137	1,179	1,217	1,253	1,289	1,323	1,355	4	9	13	17	21	26	30	34	39
2,0	1,386	1,416	1,446	1,44	1,501	1,527	1,553	1,578	1,601	3	6	9	12	15	18	21	24	27
3,0	1,648	1,670	1,692	1,713	1,734	1,754	1,774	1,793	1,812	2	5	7	9	12	14	16	18	21
4,0	1,848	1,866	1,884	1,901	1,917	1,934	1,950	1,966	1,981	2	4	6	7	9	11	13	14	16
5,0	2,011	2,027	2,041	2,056	2,070	2,083	2,097	2,111	2,124	2	3	5	6	8	10	11	13	14
6,0	2,150	2,163	2,175	2,188	2,200	2,212	2,224	2,236	2,247	1	3	4	6	7	8	10	11	13
7,0	2,270	2,281	2,293	2,303	2,314	2,325	2,335	2,346	2,356	1	2	4	5	6	7	8	10	11
8,0	2,376	2,386	2,396	2,406	2,416	2,425	2,435	2,444	2,454	1	2	3	4	6	7	8	9	10
9,0	2,472	2,481	2,490	2,499	2,507	2,516	2,525	2,534	2,543	1	3	3	4	5	6	7	8	9

ПРИМЕЧАНИЕ: Значение коэффициента $A_{\text{пр}}$ для величин $\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$ с двумя значащими цифрами от 1,1 до 9,9 даны в левой части таблицы.

- Для промежуточных величин $\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$ находят коэффициент $A_{\text{пр}}$ для двух первых значащих цифр и прибавляют поправку для третьей значащей цифры, приведенную в правой части таблицы.

Например: при $\frac{\mathcal{E}_{\text{пр}}}{\mathcal{E}_{\text{пр}} + \mathcal{E}_{\text{о}}}$ = 3,47 коэффициент $A_{\text{пр}} = 1,734 + 0,016 = 1,75$.

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦЕЗИЯ В ТОНКИХ СЛОЯХ

Реактивы и материалы

1. Барий углекислый для юстировки фильтров / 3 г./
 2. Цезий хлористый / 3 г/
 3. Пятиокись сурьмы /3 г/
 4. Теллур металлический или двуокись теллура /3 г/
 5. Ацетон /4 мл на каждую пробу/
 6. Раствор канифоли или целлULOИда /фотопленка без эмульсии/ в ацетоне. Консистенция раствора должна быть такой, чтобы фильтровальная бумага, смоченная им, после высыхания не коробилась.
 7. Фильтры с белой лентой.
 8. Эталоны - поллуцит и содержащие поллуцит пробы с надежно установленным содержанием цезия.
- Содержание цезия в эталонах и в анализируемых пробах должно быть близко. Поэтому подбирают несколько эталонов: для измерения проб, содержащих до 10% Cs³, используют эталон, содержащий 4-6% цезия; для проб, содержащих 10-30% Cs³ - эталон, содержащий 15-20% цезия.

Аппаратура и оборудование

1. Рентгенорадиометрический анализатор "Минерал-3" в комплектации, выпускаемой заводом.
2. Источник излучения туллий-170 активностью 0,2 - 0,1 г-экв.радия.
3. Аналитические весы.
4. Ступка агатовая с пестиком.

Ход анализа

I. Подготовка проб к анализу

Навеску 30-32 мг пробы, растертой до -250 меш, берут на весах с точностью до 0,1-0,2 мг.

Из фильтровальной бумаги нарезают просечкой 20-30 кружков диаметром 54 мм и укладывают их в стакан, входящий в комплект прибора. В стакан ввинчивают вкладыш, через отверстие которого всыпают в стакан пробу и наливают 3-4 мл ацетона^X. Стакан закрывают кружком кальки и резиновой крышкой, несколько раз сильно встряхивают и ставят на ровную горизонтальную поверхность. После того, как ацетон профильтруется через бумагу, фильтр с пробой вынимают из стакана, смачивают 5-6 каплями раствора ханифоли или целлULOИда /фотопленки/ в ацетоне, высушивают в течение 1-2 минут на воздухе, маркируют и вставляют в оправу.

Аналогичным образом приготавляют эталонные и "пустые" пробы.

II. Подготовка прибора к работе

Прибор проверяют и настраивают так же, как и при определении цезия в промежуточных слоях.

III. Определение содержания цезия

1. Оправу с пробой вставляют в одно из гнезд прободержателя.

2. Прободержатель вводят в окно штатива прибора и устанавливают его так, чтобы излучение источника падало на пробу.

3. Измеряют скорость счета от пробы /имп/мин/ с теллуровым / $N'_{\text{пр}}$ / и сурьмяным / $N''_{\text{пр}}$ / фильтрами.

4. После поворота оправы с пробой на 180⁰ повторно измеряют скорости счета с обоими фильтрами в обратном порядке / $N''_{\text{пр}}$, $N'_{\text{пр}}$ /.

В начале и в конце измерений каждой серии проб измеряют эталонную и "пустую" /нулевую/ пробы. При стабильно работающей аппаратуре эти измерения выполняют 2-3 раза в день.

Продолжительность измерений зависит от определяемых с^X Ацетон является токсическим веществом, поэтому все работы с ним следует выполнять под тягой.

содержаний цезия: две минуты на каждую операцию при измерении проб, содержащих десятые процента цезия, одну минуту - при измерении проб, содержащих целые проценты и десятки процентов цезия.

Результаты измерений записывают в журнал по форме, показанной в табл.5.

IV. Вычисление результатов анализа

Содержание цезия в пробе $C_{пр}$ рассчитывают по формуле:

$$C_{пр} = K \frac{J_{пр}}{P_{пр}} \quad / 1 /$$

где $K = \frac{C_{эт} P_{эт}}{J_{эт}} \quad / 2 /$

$P_{пр}$ и $P_{эт}$ - вес исследуемой и эталонной проб, мг

$J_{пр}$ и $J_{эт}$ - величины, пропорциональные интенсивности аналитических линий излучения от исследуемой и от эталонной проб.

Величины $J_{пр}$ и $J_{эт}$ определяют следующим образом:

1. По результатам измерений "пустой" /нулевой/ пробы определяют среднюю величину разности скоростей счета с одним и с другим фильтрами Δ_0 .

$$\Delta_0 = \left(\frac{N'_0 - N''_0}{t} \right)_{cp}$$

где t - продолжительность измерения, мин.

2. По результатам измерений эталонной и исследуемой проб определяют среднюю величину разности скоростей счета с одним и с другим фильтрами:

$$\Delta_{пр} = \left(\frac{N'_{пр} - N''_{пр}}{t} \right)_{cp}$$

$$\Delta_{эт} = \left(\frac{N'_{эт} - N''_{эт}}{t} \right)_{cp}$$

Таблица 5
Форма записи измерений

№ пробы	P, мг	t, мин	Интенсивность счета 10^6 имп			$\Delta =$	$\Sigma = \Delta - \Delta_0$	$K = \frac{C_{\text{эт}} \cdot P_{\text{эт}}}{\Sigma_{\text{эт}}}$	$C_{\text{пр}} = K \frac{\Sigma_{\text{пр}}}{P_{\text{пр}}}$
			фильтр Te	фильтр Sb	$N' - N''$				
			N'	N''	$\frac{(N' - N'')}{t}$ с ⁻¹				
Пустая проба	30	2	58,06	57,64	0,42	0,30	82,27	2,II	4,18
		2	59,62	58,86	0,76				
Эталон 5,80%	30	I	134,18	51,78	82,40	82,57	57,55	2,II	0,28
		I	135,22	52,48	82,74				
Проба 1	29,1	I	100,98	44,10	56,88	57,85	3,82	2,II	4,18
		I	100,27	43,45	58,82				
Проба 2	29,3	2	64,32	56,55	7,77	4,12	3,82	2,II	0,28
		2	65,75	57,08	8,72				

3. Определяют значения $\Sigma_{\text{пр}}$ и $\Sigma_{\text{эт}}$

$$\Sigma_{\text{пр}} = \Delta_{\text{пр}} - \Delta_0$$

$$\Sigma_{\text{эт}} = \Delta_{\text{эт}} - \Delta_0$$

4. По известным значениям $\Sigma_{\text{эт}}$, $P_{\text{эт}}$, $\Sigma_{\text{эт}}$ рассчитывают по формуле /2/ коэффициент K , а затем по формуле /1/ определяют содержание цезия в исследуемой пробе.

Пример расчета дан в табл.5 .

Литература

1. Методические указания по проведению флуоресцентного рентгенорадиометрического анализа. Методические указания НСАМ, 1968.

2. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания НСАМ, 1973.

3. Техническое описание и инструкция по эксплуатации рентгенорадиометрического анализатора "Минерал-3", 1967.

4. Якубович А.Л., Зайцев Е.И., Прихильговский С.И. Ядерно-физические методы анализа минерального сырья. Атомиздат, 1969.

Изъятые из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52 - X № 53 - X}	№ 103 - X
№ 92 - X	№ 113 - X
№ 90 - X	№ 115 - X
№ 9 - ЯФ	№ 116 - ЯФ
№ 13 - X	№ 119 - X

КЛАССИФИКАЦИЯ
лабораторных методов анализа минерального сырья
по их назначению и достигаемой точности

Като- рия ана- лиза	Наименование анализа	Назначение анализа	Точность по сравнению с допусками внутрилабораторного контроля	Коэффи- циент к допускам
I	Особо точный анализ	Арбитражный анализ, анализ эталонов	Средняя ошибка в 5 раза меньше допусков	0,33
II	Полный анализ	Полные анализы горных пород и минералов	Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в преде- лах 99,5-100,5%	
III	Анализ рядовых проб	Массовый анализ геоло- гических проб при раз- ведочных работах и подсчете запасов, а также при контрольных анализах	Ошибки анализа должны учладываться в допуски	I
IV	Анализ техноло- гических продук- ттов	Текущий контроль тех- нологических процес- сов:	Ошибки анализа могут учладываться в расширен- ные допуски по особой до- говоренности с заказчи- ком	I-2
V	Особо точный анализ геохими- ческих проб	Определение редких и рассеянных элементов и "элементов-спутни- ков" при близких к кларковым содержаниях	Ошибка определения не должна превышать полови- ны допуска; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с за- казчиком	0,5
VI	Анализ рядовых геохимических проб	Анализ проб при гео- химических и других исследованиях с повы- шенней чувствительно- стью и высокой произ- водительностью	Ошибка определения должна учладываться в удвоенный допуск; для низких со- держаний, для которых до- пуски отсутствуют - по до- говоренности с зака- зчиком	
VII	Полуколичест- венный анализ:	Качественная характери- стика минерального сырья с ориентировоч- ным указанием содержа- ния элементов, приме- няемая при металломет- рической съемке и др. поисковых геологиче- ских работах	При определении содержа- ния элемента допускают- ся отклонения на 0,5- 1 порядок.	
VIII	Качественный анализ	Качественное определе- ние присутствия эле- мента в минеральном сырье	Точность определения не нормируется	