

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



Научный совет по аналитическим  
методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 84-ЯФ

ЖЕЛЕЗО

МОСКВА  
1969

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 № 84-ЯФ

**ФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКИЙ  
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В КВАРЦИТОВЫХ  
РУДАХ И ПРОДУКТАХ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ**

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья  
**(ВИМС)**

МОСКВА, 1969 г.

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 84 -ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным Советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб - III категория / Протокол № I4 от 26 декабря 1968 г. /

Председатель НСАМ

В.Г. Сочеванов

Председатель секции ядерно -  
физических методов НСАМ

А.Л. Якубович

Ученый секретарь

Р.С. Фридман

Инструкция № 84-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным Советом по аналитическим методам /протокол № 14 от 26 декабря 1968 г./ и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 мая 1969 г.

ФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ РЕНТГЕНОРАДИОМЕТРИЧЕСКИЙ  
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В КВАРЦИТОВЫХ РУДАХ И  
ПРОДУКТАХ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ <sup>X)</sup>

Сущность метода

Содержание железа общего в рудах и продуктах их переработки определяют рентгенорадиометрическим /р.р./ методом, в основе которого лежит зависимость интенсивности характеристического излучения определяемого элемента от его концентрации<sup>2-4</sup>.

Характеристическое излучение железа / $Fe K_{\alpha}$  = 6,4 кэв/ возбуждается по способу двухступенчатого возбуждения с использованием источника тугий - I70 / 0,05-0,5 г эзв. Ra/ и промежуточной мишени из кадмия / $Cd K_{\alpha}$  = 23 кэв/. Характеристическое излучение железа регистрируют пропорциональным счетчиком.

Рентгенорадиометрическое определение железа выполняют по методике измерений в насыщенных слоях при величине поверхностной плотности пробы  $> 0,5 \text{ г}/\text{см}^2$ . Содержание железа

---

х) Внесена в НСАМ физико - технической лабораторией ВИМСа, 1968 г.

определяют относительным методом-сравнением интенсивности излучения от исследуемой пробы с интенсивностью излучения от эталонной пробы с известным содержанием железа.

Результат р.р. анализа /  $C_p$  / соответствует истинному содержанию железа в пробе, если наполнители анализируемой и эталонной проб имеют близкий вещественный состав. При различном вещественном составе исследуемой и эталонной проб содержание железа, найденное р.р. методом, отличается от истинного содержания железа в пробе. Чтобы учесть различие в составе исследуемой и эталонной проб, параллельно с рентгенорадиометрическим определением железа определяют железо по интенсивности обратно рассеянного бета-излучения при облучении пробы бета - источником стронций - 90 / БМС-І/. При различном составе наполнителей исследуемой и эталонной проб значения  $C_p$  и  $C_\beta$  не совпадают. Так как характер зависимости результатов анализа от состава наполнителя по р.р. и  $\beta$ -каналам противоположен, то истинное содержание железа в пробе находится где -то в интервале между значениями  $C_p$  и  $C_\beta$ .

Установлено, что при небольших расхождениях между  $C_p$  и  $C_\beta$  / в пределах до 3-5% Fe / при анализе руд и продуктов их переработки истинное содержание близко к средне- арифметическому :  $C = \frac{1}{2} / C_p + C_\beta /$ .

Если расхождения между  $C_p$  и  $C_\beta$  больше 5% Fe, то это указывает на значительное различие в составах наполнителей исследуемой и эталонной проб, и для точного определения содержания железа требуются другие способы учета вещественного состава.

Определять содержание железа вышеописанным способом можно в том случае, если исследуемые пробы не содержат в значительных количествах элементов с близкими к железу атомными номерами /  $22 < Z < 30$  /. При наличии в пробах таких элементов как хром, марганец, кобальт, никель, медь, цинк возможны завышения результатов анализа.

Таблица I

Количество железа, эквивалентное 1% мешающего элемента

Мешающий элемент 1%	Cs	Mn	Co	Ni	Cu	Zn
Эквивалентное содержание Fe , %	0,4	0,7	I,I	0,8	0,5	0,3

Данный метод рекомендуется для определения общего железа при содержании его  $> 5\%$  в пробах, характеризующихся небольшими вариациями вещественного состава.

Метод был опробован при анализе кварцитовых руд и продуктов их переработки. Результаты р.р. определения железа при содержании его от 5% и выше укладываются в допустимые расхождения /табл.2/.

Таблица 2  
I Допустимые расхождения

Содержание же- леза, абр. % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	абс.% Fe	Допустимые расхож- дения, отн. %
60-69,99	42-48,99	2,0
50-59,99	35-41,99	2,3
40-49,99	28-34,99	2,6
30-39,99	21-27,99	3,0
20-29,99	14-20,99	3,9
10-19,99	7,0-13,99	5,3
5- 9,99	3,5- 6,99	10

## Рабочие эталоны

Если содержание железа в партии исследуемых проб изменяется в интервале  $\pm 5\%$  Fe, то приготавливают две эталонные пробы с содержаниями железа, близкими к наименьшему и наибольшему содержанию железа в исследуемых пробах. Если содержание железа колеблется в более широких интервалах, то для каждого интервала в 10% приготавливают свою пару эталонных проб. Для приготовления эталонной пробы из числа проб данного продукта, по которым имеются результаты химического анализа, выбирают 10-15 проб с содержаниями железа, близкими к содержанию железа, которое должна иметь эталонная пробы. От каждой выбранной пробы берут одинаковое количество материала / 0,5 - 1 г / и тщательно его перемешивают. Такая усредненная пробы принимается за эталон. Содержание железа в эталонной пробе рассчитывается как среднее арифметическое из содержаний железа по всем пробам, взятым для приготовления эталона.

### Аппаратура

Рентгенорадиометрическая установка типа "Феррит", позволяющая одновременно определять интенсивность характеристического излучения железа исследуемой пробы и интенсивность обратно рассеянного бета - излучения.

### Ход анализа

#### I. Подготовка проб к анализу

Пробу, измельченную до крупности 100-200 меш, насыпают в установленную на подставку пластмассовую или дюралевую тарелочку / кассету / несколько выше краев / 5-7 г /, а затем уплотняют и разглаживают поверхность ее чистой гладкой стеклянной пластинкой. Приготовленная таким образом пробы должна иметь гладкую поверхность и не выступать над бортами тарелочки. Уплотнять и разглаживать пробы следует с одинаковым

усилием, чтобы насыпная плотность была приблизительно постоянной.

## 2. Подготовка аппаратуры.

Положение дискриминатора, при котором наблюдается максимум интенсивности характеристического излучения железа, и оптимальную ширину окна амплитудного анализатора определяют в соответствии с указаниями инструкции к прибору "Феррит".

Расстояния между источником и мишенью, а также между пробой и детектором выбирают такие, чтобы обеспечить необходимую статистическую точность измерений при данной экспозиции наблюдения /25 ,50 или 100 сек./ Статистическую среднеквадратическую ошибку рассчитывают из выражения

$$\sigma = \frac{C \sqrt{N_{pr}}}{N_{pr} - N_0}$$

где С-содержание железа в пробе;  $N_{pr}$  и  $N_0$  - число зарегистрированных импульсов от исследуемой пробы и пробы, не содержащей железа.

## 3. Определение содержания железа.

Для устранения возможных грубых ошибок оператора все анализируемые и эталонные пробы рекомендуется измерять дважды. За истинное значение принимается среднее арифметическое. При этом возможны как однократные измерения двух порций одной и той же пробы, так и двукратные измерения одной порции пробы.

При проведении анализа с двумя порциями пробы исследуемый материал насыпают в две тарелочки, одну из которых устанавливают в зону облучения рентгеновским излучением мишени, а вторую - в зону облучения бета - источником. После измерения скоростей счета с выбранной экспозицией наблюдений / 50 или 100 сек. / по р.р. каналу  $N_1$  и по бета - каналу  $N_1$  и записи в журнале тарелочки с пробой меняют местами и повторно измеряют скорости счета по обоим каналам  $N_2$  и  $N_2$ .

Если количество исследуемого материала недостаточно для заполнения двух тарелочек, то измеряют скорость счета с одной тарелочкой. Под излучение мишени и бета - источника

устанавливают тарелочки с различными пробами. После двукратных измерений скоростей счета от каждой пробы тарелочки меняют местами.

Таблица 3

## Форма записи

№ пп	№ проб	р.р. канал				бета-канал				$C, \% Fe$ $\frac{C_p + C_3}{2}$
		$N_1$	$N_2$	$N_{cp}$	$\frac{C_p}{\% Fe}$	$n_1$	$n_2$	$n_{cp}$	$\frac{C_\beta}{\% Fe}$	
1.	Эталон № 1	480I	484I	482I		9302	9346	9324		26,5
2.	Эталон № 2	3438	3422	3430		8417	8460	8438		18,8
3.	Проба I	4702	4630	4666	25,4	8820	8856	8838	22,3	23,8
4.	Проба 2	3600	3620	3610	19,8	849I	858I	85II	19,4	19,6
5.	Проба 3	3677	3637	3657	20,0	870I	8638	8670	20,8	20,4

## Построение эталонировочного графика

Для построения эталонировочного графика р.р. канала по оси абсцисс откладывают содержание железа в первой и во второй эталонных пробах, по оси ординат – средние значения скоростей счета от эталонных проб, полученных в начале и в конце измерения соответствующей группы проб. Полученные две точки соединяют прямой.

Аналогичным образом строят эталонировочный график бета-канала.

## Вычисление результатов анализа

По результатам измерений скоростей счета от эталонных и анализируемых проб вычисляют средние значения скоростей счета по каждому из каналов. Содержание железа в пробе по данным р.р. канала  $C_p$  и бета – канала  $C_\beta$  определяют по эталонировочным графикам.

Определив по эталонировочным графикам содержание железа по обоим каналам  $C_p$  и  $C_B$ , вычисляют их среднее арифметическое значение  $\frac{1}{2} /C_p + C_B/,$  которое принимают за истинное содержание железа в пробе.

### Техника безопасности

При выполнении анализа необходимо соблюдать правила техники безопасности, предусмотренные при работе с радиоактивными источниками. Подробно эти вопросы изложены в инструкции по работе с прибором "Феррит" <sup>2</sup>.

### Литература

1. Инструкция по внутрилабораторному контролю точности /воспроизводимости/ результатов количественных анализов ря-довых проб полезных ископаемых, выполняемых в лабораториях Министерства Геологии СССР. Москва, ВИМС, 1968 г.
2. Инструкция по работе с прибором "Феррит". ВИМС, 1967 г.
3. Методические указания по проведению рентгенорадиомет-рического анализа. ВИМС, НСАМ, 1968 г.
4. Якубович А.Л. Ускоренный анализ минерального сырья с применением сцинтилляционной аппаратуры. Госатомиздат, 1963 г.

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

Кате- гория анали- за	Наименование анализа	Назначение анализа	Точность по срав- нению с допусками внутрилабораторно- го контроля	Коэффи- циент к допускам
I.	Особо точный анализ	Арбитражный анализ, анализ эталонов	Средняя ошибка в 3 раза меньше допус- ков	0,33
II.	Полный анализ	Полные анализы гор- ных пород и минера- лов.	Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в преде- лах 99,5-100,5%	
III.	Анализ рядо- вых проб	Массовый анализ гео- логических проб при разведочных работах и подсчете запасов, а также при контролль- ных анализах.	Ошибки анализа дол- жны укладываться в допуски	I
IV.	Анализ техноло- гических продук- тов	Текущий контроль тех- нологических процес- сов	Ошибки анализа могут укладываться в рас- ширенные допуски по особой договореннос- ти с заказчиком.	I-2
V.	Особо точный анализ геохи- мических проб	Определение редких и рассеянных элементов и "элементов-спутни- ков" при близких к кларковым содержа- ниях.	Ошибка определения не должна превышать полу- чины допуска; для низ- ких содержаний, для которых допуски от- сутствуют, - по дого- воренности с заказчи- ком.	0,5
VI.	Анализ рядовых геохимических проб	Анализ проб при гео- химических и других исследованиях с повы- шенней чувствитель- ностью и высокой про- изводительностью.	Ошибка определения должна укладываться в удвоенный допуск; для низких содержаний, для которых допуски отсут- ствуют, - по дого- воренности с заказчи- ком.	2
VII.	Полуколичествен- ный анализ	Качественная харак- теристика минераль- ного сырья с ориен- тировочным указани- ем содержания элемен- тов, применяемая при металлургической съемке и др. поисковых геологи- ческих работах	При определении содер- жания элемента до- пускаются отклонения на 0,5-1 порядок.	
VIII.	Качественный анализ	Качественное опреде- ление присутствия элемента в минераль- ном сырье.	Точность определения не нормируется	