

МИНИСТЕРСТВО ГЕОЛОГИИ С С С Р  
ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ ( В И М С )



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 управлениям 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

**ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНРАДИОМЕТРИ-  
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 категория.

/Протокол № 24 от 29.XI.73г./

Председатель НСАМ	В. Г. Сочеванов
Председатель секции ядерно-физических методов	А. Л. Якубович
Ученый секретарь	Р. С. Фридман

Инструкция № 134-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Государственного геологического комитета СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным советом по аналитическим методам /протокол № 24 от 29.ХI.73г./ и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 октября 1974 г.

## ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦЕЗИЯ В ПОРОДАХ И РУДАХ, СОДЕРЖАЩИХ ЦЕЗИЙ, И В ПРОДУКТАХ ИХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ

### Сущность метода

Цезий определяют флуоресцентным рентгенорадиометрическим методом <sup>1,3,4</sup> с использованием рентгенорадиометрического анализатора "Минерал-3".

В настоящей инструкции описана разработанная А.А. Черновой в 1973 г. методика определения цезия в тонких и в промежуточных слоях.

Анализ ведут по  $K_{\alpha}$ -линиям характеристического излучения цезия, возбуждаемого радиоактивным источником излучения тулий-170. Аналитические линии цезия отделяют от линий других элементов с помощью дифференциальных фильтров из соединений теллура и сурьмы.

Определению цезия мешает теллур / $K_{\beta}$ ,  $K_{\beta 2}$  - линии/,

<sup>x</sup> 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 линии<sup>1</sup>.

При измерении в промежуточных слоях влияние состава пробы устраняют, 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 контролю<sup>2</sup> /табл.1/. Фактические расхождения между повторными определениями по данным авторов методики приведены в табл.2.

Таблица I

Допустимые расхождения<sup>2</sup>

Содержание Cs <sub>2</sub> 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 <sub>2</sub> O, %	Промежуточные слои		Тонкие слои	
	коэффициент вариации V	расхождение	коэффициент вариации V	расхождение
	%	отн. %	%	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	11,4	31,9
0,2 - 0,499	4,8	13,5		
0,1 - 0,199	8,3	23,2		
0,05 - 0,099	11,4	31,9	22	61,6
0,02 - 0,049	21,0	58,8		
0,01 - 0,019	25,0	70,0		
0,005 - 0,0099	29,5	82,6		

ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ 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-туковый завод/ по 0,5 г на пробу.

7. "Пустая" проба - кварцевый песок, не содержащий цезия.

8. Эталоны - поллцит и содержащие поллцит 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 заводом<sup>8</sup>.

2. Радиоизотопный источник Tl -170 активностью 0,1-0,02 г-экв радия.

3. Весы аналитические.

4. Пресс гидравлический на 200 кг/см<sup>2</sup>, 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 шайбу<sup>3</sup>. Стакан закрывают крышкой и энергично встряхивают в течение полминуты. Полученную смесь засыпают в прессформу, разравнивают поворотом поршня и прессуют в течение 1 минуты под давлением  $150 \text{ кг/см}^2$  /по манометру/. Спрессованную таблетку выталкивают из прессформы поршнем и маркируют ее мягким карандашом. Таблетку взвешивают с точностью 1-2 мг.

Подложки готовят также в виде таблеток из смеси хлористого цезия и полистирола. Для определения низких содержащий цезия смешивают 100 мг  $\text{CsCl}$  и 200 мг полистирола, для определения высоких содержаний - 250 мг  $\text{CsCl}$  и 200 мг полистирола.

Для большей прочности таблеток подложек, эталонов и пустых проб прессформу, в которой находится спрессованный материал, нагревают до  $\sim 150^\circ\text{C}$  /на электроплитке до легкого шипения 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  $86 \text{ мг/см}^2$  для теллура и  $90 \text{ мг/см}^2$  для сурьмы /в расчете на элемент/. Фильтры готовят и тестируют, руководствуясь указаниями в инструкции к прибору<sup>3</sup>.

## II. Подготовка прибора к работе

Прибор "Минерал-3" проверяют и настраивают на  $K_{\alpha}$ -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 /  $\epsilon_c$  / определяют по формуле:

$$\epsilon_c = \frac{\sqrt{N'_{\text{эт}} + N''_{\text{эт}} \cdot C_{\text{эт}}}}{N'_{\text{эт}} - N''_{\text{эт}}},$$

где  $N'_{\text{эт}}$  и  $N''_{\text{эт}}$  - скорости счета от эталонной пробы, измеренные с обоими фильтрами;  
 $C_{\text{эт}}$  - содержание слова 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 теллурическим /  $N'_{\text{пр}}$  / и сурьмяным /  $N''_{\text{пр}}$  / фильтрами. Затем оправу с пробой поворачивают на  $180^\circ$  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:

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

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:

$$\begin{aligned} \Delta_0 &= \left( \frac{N_0^I - N_0^{II}}{t} \right)_{ср} \\ \Delta_{эт} &= \left( \frac{N_{эт}^I - N_{эт}^{II}}{t_1} \right)_{ср} \\ \Delta_{пр} &= \left( \frac{N_{пр}^I - N_{пр}^{II}}{t} \right)_{ср} \end{aligned}$$

где  $t$  - продолжительность измерения, мин.

2. Определяют значения  $J_{пр}$  и  $J_{эт}$ , пропорциональные интенсивности излучения аналитических линий от исследуемой и от эталонной проб:

$$J_{пр} = \Delta_{пр} - \Delta_0$$

$$J_{эт} = \Delta_{эт} - \Delta_0$$

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

$$J_{п} = N'_{п} - N''_{п}$$

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

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

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

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

$$J_{п,эт} = \Delta_{п+эт} - \Delta_{эт}$$

$$J_{п,пр} = \Delta_{п+пр} - \Delta_{пр}$$

6. Вычисляют отношения  $\frac{J_{п}}{J_{п,эт}}$  и  $\frac{J_{п}}{J_{п,пр}}$ , по табл.4

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

$$i_{пр} = \frac{A_{эт}}{A_{пр}}$$

7.  $P_{эт}$  и  $P_{пр}$  - вес эталона и пробы.

Пример расчета всех величин приведен в табл.3.

Форма записи измерений

Таблица 3

№/№ проб	Измерения с подложкой, $10^{-8}$ имп				Измерение без подложки, $10^8$ имп				$\Delta_{np} = \frac{N_{np}^I - N_{np}^{II}}{t}$	$\frac{J_n}{J_{n, np}} = \Delta_{np} \cdot \tau = \Delta_{np} \cdot \Delta_0$	$\frac{J_n}{J_{n, np}}$	$A_{np}$	$i_{np}$	$\rho$	$\sigma$	$C_{np} = \frac{J_{n, np}}{J_n}$
	t мин.	фильтр Те N <sup>I</sup>	фильтр Sb N <sup>II</sup>	$\Delta_{n+np} = N_{n+np}^I - N_{n+np}^{II}$	t мин.	фильтр Те N <sup>I</sup>	фильтр Sb N <sup>II</sup>	$N_{np}^I - N_{np}^{II}$								
Подложка	I	236,76	91,73	145,03						145,03						
Пустая проба					3	129,02	128,95	0,07	$\Delta_0 = 0,09$							
					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	$A_{эт} = 1,293$		0,982	
					I	210,91	94,50	116,41								
Проба 1	I	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								

Коэффициенты  $A_{np}$  /или  $A_{эт}$ / для различных отношений  $\frac{J_n}{J_{n, np}}$  (или  $\frac{J_n}{J_{эт}}$ )

Таблица 4

$\frac{J_n}{J_{n, np}}$	Значения коэффициента $A_{np}$ ( $A_{эт}$ )										Значения поправки X								
	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	0,09
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	1,474	1,501	1,527	1,553	1,578	1,601	1,625	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	1,830	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	1,997	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	2,137	2	3	5	6	8	10	11	13	14
6,0	2,150	2,163	1,175	2,188	2,200	2,212	2,224	2,236	2,247	2,259	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	2,366	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	2,463	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	2,542	2,550	1	3	3	4	5	6	7	8	9

ПРИМЕЧАНИЕ: Значение коэффициента  $A_{np}$  для величин  $\frac{J_n}{J_{n, np}}$  с двумя значащими цифрами от 1,1 до 9,9 даны в левой части таблицы.  
 • Для промежуточных величин  $\frac{J_n}{J_{n, np}}$  находят коэффициент  $A_{np}$  для двух первых значащих цифр и прибавляют поправку для третьей значащей цифры, приведенную в правой части таблицы.

II НАПРИМЕР: при  $\frac{J_n}{J_{n, np}} = 3,47$  коэффициент  $A_{np} = 1,734 + 0,016 = 1,75$ .

## ФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ РЕНТГЕНРАДИОМЕТРИЧЕСКОЕ 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 целлулоида /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 - поллучит и содержащие поллучит 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% Cs, используют эталон, содержащий 4-6% цезия; для проб, содержащих 10-30% Cs - эталон, содержащий 15-20% цезия.

### Аппаратура и оборудование

1. Рентгенорадиометрический анализатор "Минерал-3" в комплектации, выпускаемой заводом<sup>3</sup>.
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<sup>х</sup>. 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 канифоли или целлулоида /фотопленки/ в ацетоне, высушивают в течение 1-2 минут на воздухе, маркируют и вставляют в оправу.

Аналогичным образом готовят 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 /  $N'_{пр}$  / и сурьмяным /  $N''_{пр}$  / фильтрами.

4. После поворота оправы с пробой на  $180^{\circ}$  повторно измеряют скорости счета с обоими фильтрами в обратном порядке /  $N''_{пр}$ ,  $N'_{пр}$  /.

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  
<sup>х</sup> Ацетон является токсическим веществом, поэтому все работы с ним следует выполнять под тягой.

содержаний цезия: две минуты на каждую операцию при измерении проб, содержащих десятки 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  $C_{\text{пр}}$  рассчитывают по формуле:

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

где

$$K = \frac{C_{\text{эт}} R_{\text{эт}}}{J_{\text{эт}}} \quad / 2 /$$

$R_{\text{пр}}$  и  $R_{\text{эт}}$  - вес исследуемой и эталонной проб, мг

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

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

1. По результатам измерений "пустой" /нулевой/ пробы определяют среднюю величину разности скоростей счета с одним и с другим фильтрами  $\Delta_0$ .

$$\Delta_0 = \left( \frac{N_0' - N_0''}{t} \right)_{\text{ср}}$$

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:

$$\Delta_{\text{пр}} = \left( \frac{N_{\text{пр}}' - N_{\text{пр}}''}{t} \right)_{\text{ср}}$$

$$\Delta_{\text{эт}} = \left( \frac{N_{\text{эт}}' - N_{\text{эт}}''}{t} \right)_{\text{ср}}$$



Таблица 5

## Форма записи измерений

№ пробы	P, мг	t, мин	Интенсивность счета IO <sup>63</sup> ИМП		N' - N''	$\Delta =$ $\left(\frac{N' - N''}{t}\right)_{cp}$	$\sigma = \Delta - \Delta_0$	K = $\frac{C_{эт} \cdot P_{эт}}{C_{пр}}$	C <sub>пр</sub> = K $\frac{C_{пр}}{P_{пр}}$
			Фильтр Te N'	Фильтр Sb N''					
Пустая проба	30	2	58,06	57,64	0,42	0,30			
		2	59,62	58,86	0,76				
Эталон 5,80%	30	1	134,18	51,78	82,40	82,57	82,27		
		1	135,22	52,48	82,74	82,74			
Проба 1	29,1	1	100,98	44,10	56,88	57,85	57,55	2,11	4,18
		1	100,27	43,45	58,82	58,82			
Проба 2	29,3	2	64,32	56,55	7,77	4,12	3,82	2,11	0,28
		2	65,75	57,08	8,72	8,72			

№ 134-50

3. Определяют значения  $J_{пр}$  и  $J_{эт}$

$$J_{пр} = \Delta_{пр} - \Delta_0$$

$$J_{эт} = \Delta_{эт} - \Delta_0$$

4. По известным значениям  $C_{эт}$ ,  $P_{эт}$ ,  $J_{эт}$  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., Приялговский С.И. Ядерно-физические методы анализа минерального сырья. Атомиздат, 1969.

Изъятые из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52 - X } № 53 - X }	№ 108 - X
№ 92 - X	№ 118 - X
№ 90 - X	№ 115 - X
№ 9 - ЯФ	№ 116 - ЯФ
№ 13 - X	№ 119 - X

## К Л А С С И Ф И К А Ц И Я

лабораторных методов анализа минерального сырья  
по их назначению и достигаемой точности

Категория анализа	Наименование анализа	Назначение анализа	Точность по сравнению с допусками внутрилабораторного контроля	Коэффициент к допускам
I	Особо точный анализ	Арбитражный анализ, анализ эталонов	Средняя ошибка в 5 раз меньше допусков	0,33
II	Полный анализ	Полные анализы горных пород и минералов	Точность анализа должна обеспечивать получение суммы элементов в пределах 99,5-100,5%	
III	Анализ рядовых проб	Массовый анализ геологических проб при разведочных работах и подсчете запасов, а также при контрольных анализах	Ошибки анализа должны укладываться в допуски	I
IV	Анализ технологических продуктов	Текущий контроль технологических процессов	Ошибки анализа могут укладываться в расширенные допуски по особой договоренности с заказчиком	I-2
V	Особо точный анализ геохимических проб	Определение редких и рассеянных элементов и "элементов-спутников" при близких к кларковым содержаниях	Ошибка определения не должна превышать половины допуска; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют, - по договоренности с заказчиком	0,5
VI	Анализ рядовых геохимических проб	Анализ проб при геохимических и других исследованиях с повышенной чувствительностью и высокой пропускной способностью	Ошибка определения должна укладываться в удвоенный допуск; для низких содержаний, для которых допуски отсутствуют - по договоренности с заказчиком	
VII	Полуколичественный анализ	Качественная характеристика минерального сырья с ориентировочным указанием содержания элементов, применяемая при металлометрической съемке и др. поисковых геологических работах	При определении содержания элемента допускаются отклонения на 0,5-1 порядок.	
VIII	Качественный анализ	Качественное определение присутствия элемента в минеральном сырье	Точность определения не нормируется	