

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 № 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 Мингео СССР № 496 от 29 октября 1976 г. инструкция № 147-80 рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам для анализа рядовых проб - III категория.

(Протокол № 28 от 19 января 1976 г.)

Председатель НСАМ
Председатель секции
ядерно-физических методов
Ученый секретарь

Г.В. Остроумов
А.Л. Якубович
Р.С. Фридман

Инструкция № 147-ИФ рассмотрена в соответствии с приказом Мингео СССР № 496 от 29.X.1976 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 28 от 19.I.76) и утверждена ВИМСом с введением в действие с 1 августа 1977 г.

НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТРОНЦИЯ, ЛАНТАНА, ЦЕРИЯ, НЬОБИМА, САМАРИИ, ЕВРОПИИ, ТЕРБИИ, ИТТЕРБИИ И ЛУТЕЦИИ В АПАТИТ-НЬОБИЛИНОВОЙ 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 ядра 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: $^{139}\text{La}(n, \gamma)^{140}\text{La} \xrightarrow{\beta} ^{140}\text{Ce}(\text{стаб})$

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

Для анализа используют долгоживущие радионуклиды 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 $1 \cdot 10^{13}$ нейтрон / (см² сек) в течение 4-6 часов.

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

Наведенную активность измеряют с помощью гамма-спектрометра, в комплект которого входят 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-линии ^{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 остывания, а также мешающие элементы, гамма-излучение которых попадает в энергетическую область аналитической линии определяемого элемента^{2,4}. Эквивалент определяемого элемента (графа I0) указывает, на какую относительную величину завывается 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}Pa в линию ^{160}Tb с энергией 299 кэв учитывают по γ -линии 312 кэв ^{233}Pa .

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 мг^X) и продолжительности измерения 15 минут, рассчитанный по критерию 2,8 σ , где

σ - стандартное отклонение в результатах анализа на пороге чувствительности^{1,5} равен $6,6 \cdot 10^{-3}\%$ La₂O₃; $8,0 \cdot 10^{-3}\%$ CeO₂;

^X) При навеске 100 мг самоэкранирование нейтронного потока незначительно, и его можно не учитывать (см. рис.1).

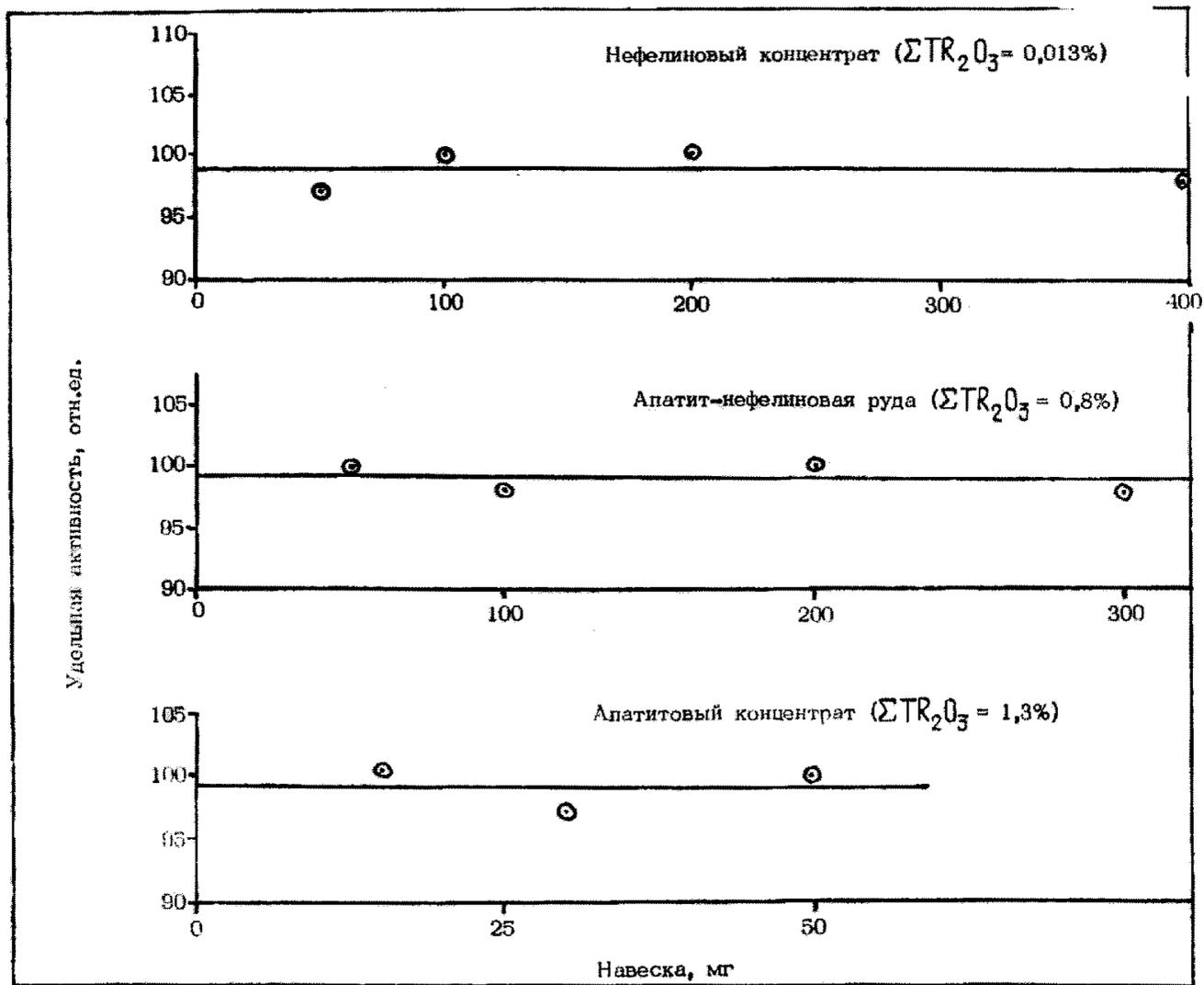


Рис.1. Зависимость удельной активности от веса пробы.

Основные ядерно-физические характеристики определенных элементов и влияние на их интерференционных линий

Таблица I

Определяемый элемент	Радиоизотоп	Период полураспада	Энергия аналитической линии, кэВ	Продолжительность анализа, дни	Мешающие элементы				
					элемент	радиоизотоп	период полураспада	энергия интерференционных линий, кэВ	эквивалент определяемого элемента
I	2	3	4	5	6	7	8	9	10
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	11,06 дня	531	20-25	Кадмий	^{115}Cd	53,5 час.	530	0,36
					Уран	^{147}Nd	11,06 дня	531	0,2
Самарий	^{153}Sm	46,8 час.	103	7-10	Тантал	^{182}Ta	115,1 дня	100	0,09
					Гадолиний	^{157}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	122	20-25	Селен	^{75}Se	120,4 дня	121	$1 \cdot 10^{-3}$
		16 лет	123		Барий	^{131}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
					Серебро	^{110}Ag	250,4 дня	885	0,03
					Европий	^{152}Eu	12,7 года	296	0,02
			299	20-25	Торий	$^{233}\text{Th} (^{233}\text{Pa})$	27 дней	300	0,05
Иттербий	^{173}Yb	4,2 дня	396	7-10	Тербий	^{160}Tb	72,1 дня	392	0,01
					Неодим	^{147}Nd	11,07 дня	398	$1,6 \cdot 10^{-4}$
					Уран	^{147}Nd	11,07 дня	398	$3,2 \cdot 10^{-5}$
Лютеций	^{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	^{85}Sr	64 дня	514	20-25	Натрий	^{24}Na	15 час.	511	$5 \cdot 10^{-6}$

ИЛ-27

Влияние мешающих элементов при выбранных условиях анализа

Определяемые элементы		Мешающие элементы		Отн. погрешность определения, вызываемая мешающим элементом, %
элемент	интервал со- держаний, %	элемент	интервал содер- жаний, %	
Лантан	0,01-0,5	Уран	$2-4 \cdot 10^{-4}$	1-0,02
Церий	0,02-0,5	Уран	$2-4 \cdot 10^{-4}$	0,5-0,02
		Железо	1-2	2-0,08
Неодим	0,02-0,2	Кадмий	$n \cdot 10^{-6}$	1,0-0,1
		Уран	$2-4 \cdot 10^{-4}$	0,3-0,03
Самарий	0,001-0,02	Тантал	$2-3 \cdot 10^{-4}$	1,4-0,7
		Гадолиний	0,001-0,02	~0,2
		Уран	$2-4 \cdot 10^{-4}$	1,2-0,03
		Торий	$0,5-1,5 \cdot 10^{-3}$	4-0,2
Европий	$2 \cdot 10^{-4}-1 \cdot 10^{-2}$	Селен	$n \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-2}-2 \cdot 10^{-4}$
		Барий	$n \cdot 10^{-2}$	2-0,04
Тербий (по линии 299 кэв)	$1 \cdot 10^{-4}-2 \cdot 10^{-3}$	Европий	$2 \cdot 10^{-4}-5 \cdot 10^{-3}$	~4
		Торий	$0,05-1,5 \cdot 10^{-3}$	25-5 ^x)
Тербий (по линии 879 кэв)	$1 \cdot 10^{-4}-2 \cdot 10^{-3}$	Европий	$2 \cdot 10^{-4}-5 \cdot 10^{-3}$	~4
		Серебро	$n \cdot 10^{-5}$	0,6-0,03
Иттербий	$2 \cdot 10^{-4}-2 \cdot 10^{-3}$	Тербий	$1 \cdot 10^{-4}-2 \cdot 10^{-3}$	~1,1
		Неодим	0,02-0,2	~1,6
		Уран	$2-4 \cdot 10^{-4}$	~0,02
Литций	$1 \cdot 10^{-5}-1 \cdot 10^{-3}$	Уран	$2-4 \cdot 10^{-4}$	~1,2
Стронций	0,2-2,0	Натрий	1-8	$2 \cdot 10^{-2}-2 \cdot 10^{-4}$

х) Влияние тория учитывают по линии 312 кэв ²³³Pa.

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. %
I- 1,99	28
0,5-0,99	36
0,2-0,499	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
Стронций (SrO)	1 - 1,99	16,8	1,65
	0,5 - 0,99	28,6	1,25
	0,2 - 0,49	40	1,10
Лантан (La ₂ O ₃)	0,2 - 0,499	12,6	
	0,1 - 0,199	23	
	0,05 - 0,099	16	
	0,02 - 0,049	25,5	
	0,01 - 0,019	40	
Церий (CeO ₂)	0,2 - 0,499	13,2	
	0,1 - 0,199	16	
	0,05 - 0,099	15,4	
	0,02 - 0,049	23,2	
Неодим (Nd ₂ O ₃)	0,1 - 0,199	37,5	
	0,05 - 0,099	33,2	
	0,02 - 0,049	52	
Самарий (Sm ₂ O ₃)	0,01 - 0,019	21,3	
	0,005 - 0,0099	21	
	0,002 - 0,0049	33	
	0,001 - 0,0019	40	
Европий (Eu ₂ O ₃)	0,005 - 0,0099	11	
	0,002 - 0,0049	18,9	
	0,001 - 0,0019	26	
	0,0005 - 0,00099	29	
	0,0002 - 0,00049	42	
Тербий (Tb ₂ O ₃)	0,001 - 0,0019	34	
	0,0005 - 0,00099	37	
	0,00005 - 0,00049	90	
Иттербий (Yb ₂ O ₃)	0,001 - 0,0019	47	
	0,0005 - 0,00099	46	
	0,0002 - 0,00049	60	
Лютеций (Lu ₂ O ₃)	0,0001 - 0,00019	68	
	0,00005 - 0,000099	53	
	0,00001 - 0,000049	80	

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

Аппаратура и оборудование

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

2. Многоканальный амплитудный анализатор типа АИ-128, АИ-256, АИ-1024, МР-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 БК-НЖ, ШВ или др.

7. Инструмент дистанционный типа ИД

8. Торсионные весы марки ВТ-200

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

10. Блок-контейнеры⁹ из алюминия марки А-995

11. Пинцеты, шпатели

12. Электронагревательный штамп⁶.

Ход анализа

1. Приготовление проб

Навеску измалыченной до 200 меш пробы 50-100 мг помещают в пакетик, сваренный из двух дисков полиэтилена с помощью 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 электроштампом.

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 равномерно 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 концентрата 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_2O_3	CeO_2	Nd_2O_3	Sm_2O_3	Eu_2O_3	Tb_2O_3	Yb_2O_3	Lu_2O_3	SrO
1750	3650	1250	260	78	14	12	1,7	8400

При определении стронция эталоном может служить чистая 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 радионуклидов (^{24}Na , ^{56}Mn , ^{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. Эталонами служили чистые окислы элементов или их растворы: точность определений составляет 5-7% отн.

4. Подготовка прибора

Спектрометр настраивают с помощью образцовых спектрометрических гамма-источников (ОСИ) или предварительно прокалбированного 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 лутеция по гамма-линиям 329 кэв ¹⁴⁰La, 103 кэв ¹⁵³Sm, 396 кэв ¹⁷⁵Yb и 208 кэв ¹⁷⁷Lu спектрометр настраивают с помощью источников ²⁴¹Am (энергия γ -линии 59,6 кэв); ⁵⁷Co (энергия γ -линий 122 кэв и 136 кэв), ²⁰³Hg (энергия γ -линии 279 кэв) и ²²Na (используют одну γ -линию с энергией 511 кэв), входящих в комплект ОСИ.

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 интенсиметру анализатора или по его таймерному каналу. "Мертвое время" анализатора не должно превышать 10-15%. Для выполнения этого требования геометрические условия измерений устанавливают, изменяя расстояния между источником и детектором.

Экспозицию 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 ¹⁵³Sm, ¹⁴⁰La, ¹⁷⁵Yb и ¹⁷⁷Lu измеряют через 7-10 дней после облучения образцов, остальных радионуклидов - 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}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}Tb (табл. I) учитывают по соотношениям γ -линий долгоживущих радиоизотопов европия ($\frac{122+123 \text{ кэВ}}{296 \text{ кэВ}}$; $\frac{122+123 \text{ кэВ}}{873 \text{ кэВ}}$) и радиоизотопа ^{233}Pa ($\frac{312 \text{ кэВ}}{300 \text{ кэВ}}$). Эти соотношения рассчитывают по результатам измерений активированных препаратов европия и тория. Например, при определении тербия по γ -линии с энергией 299 кэВ ^{160}Tb отношение площадей линии ^{233}Pa 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 цифropечатающем устройстве (ЦПУ) анализатора данным подсчитывают число импульсов в каналах пика и из суммы вычитают фон комптоновского распределения, который определяется по среднему уровню слева и справа от пика (табл. 6).

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

$t_{пр}$ и $t_{эт}$ - продолжительность измерения интенсивности излучения пробы и эталона, минуты;

$C_{эт}$ - 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	230	231	232	233	234	235	236	237	238	239
Число импульсов в канале	836	823	829	835	810	838	846	889	976	1140
№ канала	240	241	242	243	244	245	246	247	248	249
Число импульсов в канале	1890	2572	2944	2157	1542	1130	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): $\Sigma = 846 + \dots + 780 = 17691$

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)

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

5. Число импульсов

$$\text{в пике: } N = \Sigma - \Sigma_{\text{компт.}} = 17691 - 9546 = 8145$$

По этим записи и расчет содержания определяемых элементов показаны в табл.7.

Форма записи при инструментальном нейтронно-активационном анализе

Таблица 7

Облучение - № IOI;
 Плотность потока - $1,2 \cdot 10^{13}$ нейтрон/(см² сек.);
 Продолжительность облучения - 6 часов;
 Дата облучения - 5.IX.75

№ пп	Наименование пробы	Вес пробы Р, мг	Продолжительность измерения t, мин.	Определенный элемент	Сумма импульсов в каналах пика Σ, имп.	Фон комп. распределения под пиком, имп. Σ комп.	Число импульсов в пике N = Σ - Σ _{комп.}	$\left(\frac{N}{P \cdot t}\right) \cdot x$	Содержание элемента C _{пр.} , %	Примечание	
1.	Эталон АНОФ-I ЗI	IO	IO	Лантан	17691	9546	8145	Дата измерения - 12.IX.75 26,27	0,285	см.табл.6	
				Самарий	35562	18726	16836		54,31		0,026
				Иттербий	9530	7777	1753		5,65		0,0012
				Лютеций	10120	8020	2100		6,77		0,00017
2.	Образец 2509 IOС	20	20	Лантан	31360	15996	15364	7,68	0,083	см.ниже расчет	
				Самарий	52682	23642	29040	14,52	0,007		
				Иттербий	29436	23400	6036	3,028	0,0006		
				Лютеций	36698	33424	3274	1,64	0,00004		
51	Эталон АНОФ-I ЗI	IO	IO	Церий	39960	12130	27830	Дата измерения 25.IX.75 89,77	0,365		
				Неодим	9226	5430	3796	12,24	0,125		
				Европий	28223	13640	14583	47,04	0,0078		
				Тербий	15266	10003	5263	16,98	0,0014		
				Стронций	8850	5229	3621	11,68	2,6		
52	Образец 2509 IOС	20	20	Церий	149728	34468	115260	57,63	0,230		
				Неодим	29284	17979	11305	5,65	0,058		
				Европий	76009	36909	39100	19,55	0,0032		
				Стронций	24264	14152	10112	5,06	1,1		
				Тербий (линия 312 кэв)	44821	40155	4666; 5,4 ^{xx}) = 864				
Тербий	38017	21372	16645 - 864 = 15781 ^{xxx})	7,89	0,00065						
				Расчет коэффициента для учета вклада линии 300 кэв ²³³ Pa (тербий) в линию 299 кэв ¹⁶⁰ Tb							
	Тербий (т ₂₀₂)	2,2	IO	Тербий (линия 312 кэв)	25162	10780	14382				
				Тербий (линия 300 кэв)	12038	9375	2663			14382 : 2663 = 5,40	

x) Проведены вычисления для удобства расчета.

xx) 5,4- коэффициент для учета вклада тербия в линию 299 кэв ¹⁶⁰Tb (см.стр.12).

xxx) За вычетом вклада тербия.

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

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 гамма-излучением 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 $1 \cdot 10^{13}$ нейтрон/(см² 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-нефелиновых 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. Пробу 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 $d 1,19$, 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, "Зинатне", 1966, стр.5.
2. Дзелепов Б.С., Кошкарлова 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., 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., 1971.
10. Техническое описание и инструкция по эксплуатации спектрометрической установки СЭС-2-02.
11. Якубович А.Л., Зайцев Е.И., Прижялтовский 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 ВМСа

ВЫПУСК
 Научным советом по
 аналитическим методам
 Т.ХР. 1974г.

"УТВЕРЖАЮ"
 Начальник управлений научно-
 исследовательских организаций
 Мингео СССР, член коллегии
 25 декабря 1974г. Ч.П. МАВЕРОВ

К Л А С С И Ф И К А Ц И Я
 ЛАБОРАТОРНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ

Категория	Наименование анализа	Воспроизводимость методов анализа	Корректирующий коэффициент к допустимому среднему квадратичному отклонению
I	Особо точный анализ	Среднеквадратичное отклонение результатов определения должно быть в три раза меньше допустимого средние квадратичного отклонения, регламентируемого инструкцией внутрилабораторного контроля (см. Приложение)	0,33
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимых средние квадратичных отклонений	1
		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 средние квадратичного отклонения	0,33
II	Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого средние квадратичного отклонения	1
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 0,80\%$	
III	Анализ рядовых проб	Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых средние квадратичных отклонений	1
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 0,80\%$	
IV	Анализ технологических продуктов	Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое средние квадратичное 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 средние квадратичных отклонений	0,5
VI	Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого средние квадратичного отклонения	2
VII	Полуколичественный анализ		Воспроизводимость определения 4-10 пикр (интервалов) на один порядок содержания с достоверностью вероятностью 68%
VIII	Качественный анализ		Точность определения не нормируется

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