

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



Научный совет по аналитическим
методам

Ядерно-физические методы

Инструкция № 154-ЯФ

АЛЮМИНИЙ И КРЕМНИЙ

Москва
1978

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 № 154-ЯФ

АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ И
КРЕМНИЯ В ПРОБАХ АЛЮМИНИЕВЫХ РУД И
АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ ПОРОД С ПОМОЩЬЮ
ГЕНЕРАТОРА БЫСТРЫХ НЕЙТРОНОВ

Всесоюзный научно-исследовательский институт минерального сырья
(ВИМС)

Москва, 1978

В соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. инструкция № 154-ЯФ рассмотрена и рекомендована Научным советом по аналитическим методам к применению для анализа рядовых проб — III категория.

(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 № 154-ЯФ рассмотрена в соответствии с приказом Госгеолкома СССР № 229 от 18 мая 1964 г. Научным советом по аналитическим методам (протокол № 28 от 19.1.76г.) и утверждена ВИАСом с введением в действие с...Л.И.Р......

АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЮМИНИЯ И КРЕМНИЯ В ПРОБАХ АЛЮМИНИЕВЫХ РУД И АЛОМОСИЛИКАТНЫХ ПОРОД С ПОМОЩЬЮ ГЕНЕРАТОРА БЫСТРЫХ НЕЙТРОНОВ^{х)}

Сущность метода

Нейтронно-активационная методика определения алюминия и кремния с помощью генератора быстрых нейтронов, разработанная В.А.Касаткиным, Ю.Г.Чулановым и Д.И.Лейпунской, заключается в облучении исследуемых проб потоком нейтронов с энергией 14 МэВ и в измерении интенсивности гамма-излучения радиоактивных изотопов ^{27}Mg и ^{28}Al , образующихся по реакциям (n, p) при активации стабильных изотопов алюминия и кремния (табл.1).

При этом используют режим кратковременных облучений (менее 5 мин.), благоприятный для избирательной активации алюминия и кремния.

Порошковые пробы (20-25 г) помещают в плотно закрывающиеся полиэтиленовые ампулы (контейнеры), взвешивают и облучают нейтронами вблизи мишени генератора нейтронов.

Для контроля плотности потока нейтронов и учета возможных ее изменений одновременно с анализируемыми пробами или эталонами облучают алюминиевые мониторы, форма которых идентична с формой внутренней полости ампулы. Ампулы с пробами и мониторы доставляют в зону облучения и к измерительной аппаратуре с помощью пневмопочты.

Наведенную радиоактивность мониторов и проб измеряют

^{х)} Внесена в ИСАМ лабораторией прецизионного анализа и партия № 5 ОМЭ ВНИИЯТТ.

№ 154-ЯФ

последовательно с помощью гамма-спектрометра, состоящего из спектрометрического датчика с кристаллом NaJ(Tl) размером не менее 63x63 мм и двух одноканальных анализаторов.

Таблица I

Реакции активации и параметры, характеризующие гамма-излучение радиоактивных изотопов, образующихся при взаимодействии нейтронов ($E_n \approx 14$ МэВ) с ядрами стабильных изотопов алюминия и кремния¹.

Элемент	Реакция	Период полураспада	Макросечение активации $\text{см}^2/\text{г}$	Энергия γ -излучения, МэВ (выход на распад, %)
Алюминий	$^{27}\text{Al}(n,p)^{27}\text{Mg}$	10,0 мин	$1,56 \cdot 10^{-3}$	1,015 (30%) 0,843 (70%)
	$^{27}\text{Al}(n,\alpha)^{24}\text{Na}$	15,0 час	$2,62 \cdot 10^{-3}$	2,75 (100%) 1,37 (100%)
	$^{27}\text{Al}(n,\gamma)^{28}\text{Al}$	2,3 мин	$1,25 \cdot 10^{-5}$	1,78 (100%)
Кремний	$^{28}\text{Si}(n,p)^{28}\text{Al}$	2,3 мин	$4,95 \cdot 10^{-3}$	1,78 (100%)
	$^{29}\text{Si}(n,p)^{29}\text{Al}$	6,6 мин	$1,01 \cdot 10^{-4}$	2,45 (6%) 1,28 (94%)
	$^{30}\text{Si}(n,\alpha)^{27}\text{Mg}$	10,0 мин	$1,16 \cdot 10^{-4}$	1,015 (30%) 0,843 (70%)
	$^{30}\text{Si}(n,\gamma)^{31}\text{Si}$	2,64 час	$3,35 \cdot 10^{-7}$	1,26 (0,07%)

Активность пробы измеряют одновременно в двух фиксированных энергетических интервалах. Первый канал (для определения кремния) настраивают на фотопик с $E_\gamma = 1,78$ МэВ, второй (для определения алюминия) - на фотопик с $E_\gamma = 0,84$ МэВ.

Активность алюминиевого монитора измеряют перед измерением активности пробы во втором канале, используя независимый пересчетный прибор.

Анализ выполняют относительным методом. Чтобы форма аппаратных спектров была идентична, временной режим анализа проб и эталонов должен быть постоянным.

Содержание кремния определяют по отсчету импульсов в первом канале; содержание алюминия - по отсчету импульсов

во втором канале за вычетом отсчета от мешающего излучения наведенной активности кремния в этом же канале. Необходимый для этого поправочный коэффициент определяют при анализе кварцевого эталона.

При расчете содержаний учитывают вес проб и эталонов, "мертвое" время измерительной аппаратуры, ослабление веществом пробы потока нейтронов и гамма-квантов, а также присутствие мешающих элементов.

Определению алюминия и кремния мешает ряд элементов. В таблице 2 указаны образующиеся при активации основные мешающие радиоактивные изотопы, период их полураспада и энергия гамма-квантов, а также эквивалентное одному проценту мешающего элемента количество Al_2O_3 и SiO_2 .

Время выдержки, необходимое для распада короткоживущих изотопов (азот-16, фтор-20, фосфор-34), используется для измерения активности алюминиевого монитора.

Основным мешающим элементом при определении кремния является фосфор. Под действием быстрых нейтронов при активации кремния и фосфора образуется один и тот же радиоактивный изотоп. Вклад от активации фосфора составляет 0,5% SiO_2 на 1% P_2O_5 . Для большей части типов алюминиевых руд и алюмо-силикатных пород содержание P_2O_5 не превышает десятых долей процента, и систематическая погрешность, связанная с активацией фосфора, может быть учтена введением поправки на среднее содержание P_2O_5 для данного типа пород и руд. Применять настоящую методику для определения кремния в породах и рудах, содержащих более 1% P_2O_5 , можно только в комплексе с методом, обеспечивающим независимое определение фосфора.

Основным мешающим элементом при определении алюминия является железо, при активации которого образуется радиоизотоп марганец-56 ($T = 2,56$ ч.), испускающий гамма-кванты с энергией 0,84 МэВ. Вклад от активации железа составляет около 0,1% Al_2O_3 на 1% Fe_2O_3 . Определить содержание железа и рассчитать влияние изотопа марганец-56 можно по результатам повторного измерения с выдержкой более 1 часа, в течение которой мешающий определению железа магний-27 ($T = 10$ мин.), образующийся при активации алюминия, в значительной мере распадается. Однако при этом значительно снижается производи-

Таблица 2

Основные мешающие элементы при определении алюминия и кремния

Мешающий элемент	Образующийся радиоизотоп	Период полураспада	Энергия гамма-квантов, МэВ (выход на распад, %)	Количество Al_2O_3 (SiO_2), эквивалентное 1% мешающего элемента	
				% Al_2O_3	% SiO_2
Кислород	^{16}N	7,35 сек	6,13 (68)	Влияние O, Na и S	
Натрий	^{20}F	11,3 сек	1,63 (100)	устраняется при вы-	
Сера	^{34}P	12,4 сек	2,13 (25)	держке проб после активации в течение 60-70 сек.	
Магний	^{25}Na	1,0 мин	1,61 (5) 0,98 (15)	0,023	$2,10^{-4}$
Фосфор	^{28}Al	2,3 мин.	1,78 (100)	-	1,15
Хлор	^{37}S	5,1 мин	3,09 (90)	0,09	0,02
Хром	^{52}V	3,77 мин	1,43 (99,3)	0,61	-
Марганец	^{52}V	3,77 мин.	1,43 (99,3)	0,19	-
Железо	^{56}Mn	2,56 час.	2,11 (17,5) 1,81 (33,3) 0,84 (98,6)	0,16	$7,7 \cdot 10^{-8}$
Стронций	^{88}Rb	17,7 мин	1,84 (23)	-	$1,2 \cdot 10^{-4}$
Цирконий	^{89m}Zr	4,18 мин	1,53 (6,6)	0,02	-
Церий	^{139m}Ce	1,0 мин	0,74 (100)	0,9	-

Примечание: Указанные эквиваленты действительны при измерении с кристаллом $NaJ(Tl)$ размером 70x70 мм при временном режиме анализа: облучение - 1 мин., выдержка - 1 мин, измерение - 2 мин.

ность. Целесообразнее определять мешающее влияние железа, комплексируя активационный метод с рентгенорадиометрическим.¹²

Коэффициент для учета вклада железа в наведенную активность алюминия определяют при активации эталонных проб железа.

Из других мешающих элементов заслуживает внимания только хром, так как имеются единичные месторождения бокситов с содержанием хрома 1-2% (обычно содержание хрома находится

на уровне $n \cdot 10^{-2}\%$). Поэтому при анализе проб алюминиевых руд неизвестного состава, а также ультраосновных пород, для которых характерны повышенные содержания хрома, необходимо по выборочным пробам установить порядок содержания хрома.

Остальные мешающие элементы, указанные в таблице 2, присутствуют в алюминиевых рудах и алюмосиликатных породах в незначительных количествах ($n \cdot 10^{-2}$ - $n \cdot 10^{-4}\%$) и практически не влияют на результаты анализа.

Методика проверена на пробах алюминиевых руд (каолин, алуниты, нефелиновые сиениты, бокситы) различных месторождений СССР и на стандартных образцах состава горных пород, аттестованных в СССР и во Франции.

Методика рекомендуется для определения алюминия и кремния в алюминиевых рудах и алюмосиликатных породах по III категории при содержании от 10% до 70% глинозема и от 1% до 50% кремнезема при усреднении результатов анализа двух параллельных навесок.

В таблице 3 даны допустимые расхождения для алюминия и кремния⁷.

Таблица 3

Допустимые расхождения⁷

Содержание, %		Допустимые расхождения, % отв. (X доп)
60 - 69,9	Al_2O_3	3,0
50 - 59,9		3,5
40 - 49,9		4,5
30 - 39,9		6,0
20 - 29,9		8,0
10 - 19,9		10,0
40 - 49,9	SiO_2	2,8
30 - 39,9		3,6
20 - 29,9		5,4
10 - 19,9		9,0
5 - 9,9		14,0
2 - 4,9		19,0
1 - 1,9		26,0

В таблице 4 приведены расхождения между повторными определениями алюминия и кремния по данным авторов инструкции.

Таблица 4

Расхождения между повторными определениями по данным авторов

Содержание, %	Расхождения ^{х)} , отн. % (\bar{D} эксп.)	Запас точности ($\frac{\bar{D}}{\bar{D}}$ доп.) (\bar{D} эксп.)
	Al_2O_3	
60 - 69,9	2,3	1,3
50 - 59,9	2,5	1,4
40 - 49,9	3,0	1,5
30 - 39,9	4,1	1,5
20 - 29,9	5,7	1,4
10 - 19,9	9,2	1,1
	SiO_2	
40 - 49,9	2,4	1,2
30 - 39,9	3,0	1,2
20 - 29,9	3,4	1,6
10 - 19,9	3,8	2,4
5 - 9,9	4,0	2,5
2 - 4,9	4,8	4,0
1 - 1,9	7,5	3,5

х) Расхождения между величинами, полученными при усреднении результатов анализа двух параллельных навесок

Реактивы и материалы

1. Al_2O_3 ч.д.а., 200 - 250 г.
2. Fe_2O_3 ч.д.а., 200 г (для изготовления 4-6 эталонов).
3. Алюминий металлический марки А-995, 20-25 кг (для изготовления 250-300 мониторов).
4. Кварц оптической чистоты, 700 г (для изготовления 20 - 25 мониторов).
5. Обезвоженное (сухое) трансформаторное масло.

6. Нейтронные трубки НТ-20 для генератора НГИ-9^х).
7. Транспортные полиэтиленовые ампулы К-28.
8. Мониторы - цилиндры, вытаскиваемые из алюминия А-995, диаметром $18 \pm 0,05$ мм, высотой $40 \pm 0,05$ мм, 250-300 шт.
9. Эталоны. В качестве эталонов используют стандартные образцы состава (СОС) и чистые реактивы.
10. Стандартные образцы состава (СТ-1а, СТ-1а, СГД-1а и др.) с содержанием кремнезема не менее 40% (для изготовления 25-30 эталонов).
11. Стандартные образцы состава бокситы СБ-1, СБ-2 или др. с содержанием Al_2O_3 не менее 40% (для изготовления 20-25 эталонов).

Приготовление эталонов

При определении кремнезема в качестве эталонов применяют порошковые пробы кварца и стандартные образцы состава горных пород с содержанием кремнезема не менее 40%; при определении глинозема - стандартные образцы бокситов.

Для установления мешающего влияния железа и эквивалентных соотношений для других элементов используют эталонные пробы чистых соединений кремния (кварц, карбид кремния), алюминия (порошок Al_2O_3 ч.д.а., металлический алюминий А-995) и железа (Fe_2O_3 ч.д.а.).

При использовании в качестве рабочих эталонов алюминиевых вкладышей предварительно определяют содержание Al_2O_3 (в %), эквивалентное по измеряемому гамма-излучению содержанию алюминия в материале вкладышей. Среднюю величину эквивалентного содержания Al_2O_3 вычисляют по результатам 20-25 параллельных активационных определений, используя в качестве эталонов стандартные образцы состава бокситов.

Применение твердых эталонов кварца также желательно, но из-за сложности их изготовления с необходимой точностью обычно применяют рабочие эталоны, приготовленные на основе порошкового кварца, содержание SiO_2 в которых устанавливают по усредненным данным активационного анализа с исполь-

^х) При работе с генераторами откачного типа НГ-160, НГ-150 и др. вместо нейтронных трубок применяются тритиевые мишени.

№ 154-ЯЭ

зованием стандартных образцов состава горных пород. Так как равномерность заполнения и вес порошковых эталонов кварца при их многократном использовании могут измениться, их следует периодически обновлять.

Кварцевые эталоны можно использовать повторно приблизительно через 1,5-2 часа, эталоны железа на следующий день, а эталоны и мониторы из алюминия через 3-4 дня. Такой длительный срок объясняется тем, что при использовании эталонов алюминия образуется относительно долгоживущий радиоактивный изотоп ^{24}Na ($T = 15$ часов), уровень наведенной активности которого на момент прекращения активации составляет около 3% от активности изотопа ^{27}Mg ($T = 10$ мин.), а через три дня снижается до уровня 0,1%.

Аппаратура и оборудование

1. Генератор нейтронов с энергией 14 МэВ типа НГИ-9, НГ-160, НГ-150 и др. с плотностью потока в месте облучения проб не ниже 10^7 нейтр./ $(\text{см}^2 \cdot \text{сек})$ при максимальном изменении величины потока не более 10% отн. в течение времени облучения.

2. Гамма-спектрометр, в состав которого входят:

а) сцинтилляционный детектор $\text{NaI}(\text{Tl})$ размером не менее 63x63 мм;

б) два одноканальных анализатора типа ПД-2;

в) три пересчетных прибора типа ПР-8 или ИСО2-20М;

г) высоковольтный стабилизированный выпрямитель ВС-22 или ПВ-2.

3. Пневмотранспортное устройство на основе унифицированных элементов автоматизированной системы АРС-28⁵.

4. Программное устройство. Блок-схемы компоновки гамма-спектрометра, пневмотранспортного и программного устройств, а также необходимые для комплектования изделия даны в приложении I.

5. Сушильный шкаф СЭШ-3М.

6. Весы аналитические типа ВИА-200М.

7. Секундомер.

8. Электронная клавишная вычислительная машинка типа "Искра-12", "Электроника" и т.д.

9. Набор стандартных радиоактивных источников типа ОСИМ.
 10. Прибор дозиметрического контроля типа "РУП"- I.

Код анализа

1. Подготовка проб и эталонов

Высушенные до постоянного веса порошковые пробы (20 - 25 г) помещают в предварительно взвешенные (с точностью до 10^{-2} г) и промаркированные полиэтиленовые ампулы типа К-28.⁵ Ампулы заполняют в несколько этапов, каждый раз уплотняя материал плотно входящим в них штоком. С поверхности заполненной ампулы кисточкой удаляют прилипшие частицы пробы, надевают крышку и взвешивают. Вес анализируемой пробы составляет разность весов заполненной и пустой ампулы.

Эталонные пробы готовят аналогично и для того, чтобы исключить возможные потери материала при многократном использовании, заваривают ампулы паяльником.

2. Подготовка аппаратуры

Измерительную аппаратуру предварительно прогревают^{х)} в течение 30-40 минут для установления стационарного режима ФЭУ, устанавливают энергетическую шкалу гамма-спектрометра и отдельно настраивают дифференциальные дискриминаторы первого и второго анализаторов на фотопике с энергией гамма-квантов 1,78 и 0,84 МэВ. При этом анализатор, предназначенный для определения кремния, настраивают на энергетический интервал 1,68 - 1,88 МэВ, в область которого попадает практически весь фотопик с энергией 1,78 МэВ. Второй анализатор, предназначенный для определения алюминия на фоне мешающего гамма-излучения кремния, настраивают на более узкий интервал с границами на уровне $0,5 N_{\text{макс}}$, где $N_{\text{макс}}$ - максимальный отсчет в фотопике с $E_{\gamma} = 0,84$ МэВ.

Для калибровки и настройки гамма-спектрометра используют радиоактивные источники, входящие в комплект ОСИМ^{2,4}.

^{х)} Прибор прогревают, помещая радиоактивный источник (например, цинк-65) вблизи датчика на таком расстоянии, чтобы измеряемая интегральная скорость счета составляла около $5 \cdot 10^3$ имп/сек.

Для настройки на фотошпик с $E_{\gamma} = 0,84$ МэВ целесообразно дополнительно использовать радионуклид марганец-56, который можно получить при облучении эталонов железа. Подготовка генератора нейтронов и порядок работы с ним зависят от типа применяемого генератора и оговариваются в техническом описании генератора.

Как правило, время подготовки аппаратуры составляет для генераторов с отпаянными ускорительными трубками 6-10 мин., для стационарных генераторов откачного типа - 40 - 60 мин.

Для проверки и корректировки нейтронного потока перед началом анализа выполняют пробный анализ^{х)} алюминиевых мониторов потока: измеряемое число импульсов в канале монитора должно составлять $50000 \pm 10\%$ отн.

3. Определение содержания алюминия и кремния

Ампулы с пробами и мониторами потока закладывают в загрузочное устройство пневмопочты, из которого по команде оператора они последовательно попадают в два параллельных канала блока облучения. Прохождение ампул в каналы блока облучения контролируется фотодатчиками, дающими команды:

включение двигателя, сообщающего двухосевое вращение ампулам с пробами и мониторами в камере блока облучения;

включение потока нейтронов;

запуск таймера программного блока для проведения анализа в определенной временной последовательности.

По истечении 60 секунд с момента запуска программное устройство выдает команду прекратить облучение и остановить вращение камеры блока облучения. После возвращения камеры в исходное положение ампула с монитором через стрелочный путевой распределитель по препаратопроводу доставляется в блок измерения. Через 10 секунд после окончания облучения по команде программного устройства включается третий прибор, регистрирующий активность монитора. Измерение продолжается 50 секунд и заканчивается автоматически по команде "стоп".

х) Временные параметры пробного анализа те же, что и при последующем анализе проб и эталонов.

В течение последующих 10 секунд ампулы с мониторами перемещаются из блока измерения в контейнер для "отработанных" образцов, а ампулы с пробой - из блока облучения в блок измерения. Измерение активности пробы в течение 120 секунд начинается по команде "пуск" одновременно пересчетными приборами первого и второго каналов и заканчивается по команде "стоп", после чего ампула с пробой обрасывается в контейнер, и программное устройство автоматически возвращается в исходное положение. Оператор вносит показания всех трех пересчетных приборов в журнал.

Программным устройством задается следующий временной режим анализа:

облучение - 0-60 секунд;

измерение активности монитора - 70-120 секунд;

измерение активности пробы - 130-250 секунд;

Продолжительность цикла анализа составляет 250 секунд. За нулевую точку отсчета принимается начало облучения.

Эталонные пробы анализируют аналогично через каждые 10-12 рядовых проб. Таким образом, число эталонов, проанализированных в течение смены для нахождения усредненных калибровочных коэффициентов, составляет не менее шести на каждый определяемый элемент.

Натуральный фон измеряют три раза за смену: в начале, в середине и в конце.

Стабильность работы спектрометра контролируют по скорости счета в первом и втором каналах при измерении активности кварцевых эталонов, анализируемых через каждые 50-60 минут. При отклонении величины отношения скоростей счета в первом и во втором каналах от среднего значения на удвоенную величину статистической погрешности или более выполняют контрольный анализ, и если расхождения подтверждаются, снова настраивают аппаратуру.

Вычисление результатов анализа

I. Учет ослабления потока нейтронов и гамма-квантов веществом пробы

При анализе проб весом от единиц до нескольких десятков граммов с достаточным для практических целей приближе-

нием ослабление потока нейтронов ($E_n = 14 \text{ МэВ}$) и гамма-квантов можно учитывать на основе использования экспоненциального закона ослабления¹³. Если влияние бета-излучения устраняется с помощью фильтра^{х)}, суммарный коэффициент ослабления

j может быть определен как:

$$j = e^{-\rho \cdot (\mu_n + (\mu_\gamma) \cdot \frac{d}{2}} \quad (1)$$

где: e - основание натурального логарифма;

ρ - насыпная плотность пробы, $\text{г}/\text{см}^3$;

$(\mu_n$ и $(\mu_\gamma$ - массовые коэффициенты ослабления нейтронов и гамма-квантов, $\text{см}^2/\text{г}$;

d - внутренний диаметр ампул, см.

Массовые коэффициенты ослабления нейтронов с энергией 14 МэВ и гамма-квантов с энергией 0,84 и 1,78 МэВ сравнительно мало зависят от элементарного состава проб, и основной вклад в изменение величины коэффициента ослабления j вносит изменение насыпной плотности (за счет плотности, возможно, на 60%, за счет изменения состава - на 10-12% отн.).

Поэтому для широкого класса пород и руд коррекцию на ослабление потока нейтронов и гамма-квантов можно свести к коррекции на плотность, т.е. на вес проб (объем ампул постоянен). При расчете коррекции следует использовать постоянные массовые коэффициенты ослабления (дифференцировано по типам пород и руд).

Суммарные коэффициенты ослабления потока нейтронов и гамма-квантов рассчитывают по формулам (2) и (3)

$$j_{np}^{Al} = e^{-\rho_{np} \cdot (\mu_{Al}) \cdot \frac{d}{2V}} \quad (2)$$

$$j_{np}^{Si} = e^{-\rho_{np} \cdot (\mu_{Si}) \cdot \frac{d}{2V}} \quad (3)$$

где: j_{np}^{Al} и j_{np}^{Si} - коэффициенты для учета ослабления потока при определении содержания алюминия и кремния;

ρ_{np} - вес пробы (эталоны), г;

V - объем ампулы, см^3 ;

$$(\mu_{Al} = (\mu_n + (\mu_{0,84}$$

$$(\mu_{Si} = (\mu_n + (\mu_{1,78}$$

^{х)} При использовании пневмопочты АРС-23 бета-излучение поглощается стенкой камеры блока облучения и дополнительным алюминиевым экраном толщиной 3 мм.

$(\mu_n$ - массовый коэффициент ослабления потока нейтронов с энергией 14 МэВ;

$(\mu_{0,84}$ и $(\mu_{1,78}$ - массовые коэффициенты ослабления гамма-квантов с энергией 0,84 и 1,78 МэВ.

При использовании ампулы К-28 ($d = 1,8$ см; $V = 10,179$ см³) $\frac{d}{2V} = 0,0884$, и формулы (2) и (3) принимают вид:

$$j_{np}^{Al} = e^{-0,0884 \cdot \rho_{np}} \cdot (\mu_{Al} \quad (2a)$$

$$j_{np}^{Si} = e^{-0,0884 \cdot \rho_{np}} \cdot (\mu_{Si} \quad (3a)$$

Значения коэффициентов $(\mu_{Al}$ и $(\mu_{Si}$, необходимые для расчета коэффициентов j_{np}^{Al} и j_{np}^{Si} , даны в таблице 5 для разных типов пород и эталонов.

Таблица 5

Значения коэффициентов $(\mu_{Al}$ и $(\mu_{Si}$ для различных типов пород и эталонов

Анализируемые вещества, породы	$(\mu_{Si}, \text{см}^2/\text{г}$	$(\mu_{Al}, \text{см}^2/\text{г}$
Fe_2O_3	0,0677	0,0885
Al_2O_3	0,0770	0,0985
Si_2O_3	0,0786	-
Бокситы	0,0807	0,1020
Нефелиновые слениты и алюмосиликатные породы	0,0766	0,0977

При внутрилабораторном аттестационном анализе вещества рабочих эталонов кварца и металлического алюминия эквивалентные содержания SiO_2 и Al_2O_3 рассчитывают для значений

$$j_{\text{этAl}}^{Al} = 1,0 \quad \text{и} \quad j_{\text{этSi}}^{Si} = 1,0.$$

При последующем использовании этих эталонов для определения алюминия и кремния коррекцию на ослабление потока нейтронов и гамма-квантов в эталоне не рассчитывают, т.к. используют эквивалентные содержания.

При проведении аттестационного анализа рабочих эталонов в качестве опорных эталонов желательно использовать стандарт-

ные образцы состава, близкие по плотности к анализируемым пробам. Если насынная плотность меняется в пределах $\pm 10\%$, можно использовать постоянные коэффициенты j^{Al} и j^{Si} , рассчитанные для средних значений насынной плотности. При этом возможные дополнительные погрешности не будут превышать 0,2-0,3% отн.

Более детально методика коррекции на поглощение быстрых нейтронов и гамма-квантов дается в работе Дж.Хоста и др.¹³

2. Определение поправочных коэффициентов для учета "мертвого" времени измерительной аппаратуры

1. По методу двух источников^{3,6} определяют разрешающее время измерительной установки - τ . Измерения выполняются в интегральном режиме при нулевом пороге дискриминации. При этом радиоактивные источники необходимо располагать на таком расстоянии от детектора, при котором суммарная регистрируемая интенсивность не превышает 15-20 тыс.имп/сек.

2. Коэффициент δ для введения поправки на "мертвое" время измерительной аппаратуры находят по упрощенной методике, основанной на усреднении поправочных коэффициентов для учета просчетов в начальный и конечный моменты времени. При усреднении используется зависимость, справедливая для измерения активности источников постоянной интенсивности.

Величину δ рассчитывают по формуле:

$$\delta = 1 + \alpha_{Al} (N'' - \bar{K}N') + \alpha_{Si} N' \quad (4)$$

где: δ - поправочный коэффициент;

N' и N'' - число импульсов за вычетом фона в первом и втором каналах;

α_{Al} , α_{Si} и \bar{K} - постоянные коэффициенты, определяемые при анализе эталонов алюминия и кремния²).

Усредненный спектральный коэффициент \bar{K} для учета вклада наведенной радиоактивности кремния во втором канале определяют по результатам многократного анализа кварцевых эталонов:

$$\bar{K} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{N_i'' \text{ эт Si}}{N_i' \text{ эт Si}} \quad (5)$$

²) Коэффициенты α_{Al} и α_{Si} определяют не реже одного раза в месяц. Коэффициент \bar{K} определяют ежедневно.

где: n - число проанализированных эталонов ($n \geq 3$);
 $N'_{i \text{ эт Si}}$ и $N''_{i \text{ эт Si}}$ - число импульсов за вычетом фона, измеренное в первом и втором каналах при анализе i -го эталона кварца.

Для определения коэффициента α_{Al} дифференциальный дискриминатор первого канала переводят в интегральный режим, устанавливают нулевой порог дискриминации и анализируют эталонную пробу металлического алюминия по обычной схеме. Значение α_{Al} находят по формуле:

$$\alpha_{Al} = \frac{\tau \cdot \lambda_{Al} (1 + e^{-\lambda_{Al} \cdot t}) N'_{i \text{ эт Al}}}{2 \cdot (1 - e^{-\lambda_{Al} \cdot t}) N''_{i \text{ эт Al}}} \quad (6)$$

где: τ - разрешающее время, сек;

$\lambda_{Al} = 1,155 \cdot 10^{-3} \text{ сек}^{-1}$ - постоянная полураспада изотопа магний-27;

e - основание натурального логарифма;

t - время измерения, сек;

$N'_{i \text{ эт Al}}$ и $N''_{i \text{ эт Al}}$ - число импульсов в первом и втором каналах.

Коэффициент α_{Si} находят аналогично при анализе кварцевого эталона:

$$\alpha_{Si} = \frac{\tau \cdot \lambda_{Si} (1 + e^{-\lambda_{Si} \cdot t}) N'_{i \text{ эт Si}}}{2 \cdot (1 - e^{-\lambda_{Si} \cdot t}) N''_{i \text{ эт Si}}} \quad (7)$$

где: $\lambda_{Si} = 5,02 \cdot 10^{-3} \text{ сек}^{-1}$ - постоянная полураспада изотопа алюминий-28;

$N'_{i \text{ эт Si}}$ - число импульсов в первом канале (дифференциальный режим);

$N''_{i \text{ эт Si}}$ - число импульсов во втором канале (интегральный режим при нулевом пороге дискриминации).

Для анализаторов типа ИЦ-2 с детектором NaJ (Te) разрешающее время установки (τ) составляет $\sim 3 \cdot 10^{-6}$ сек. Для рекомендованного временного режима (облучение - 60 сек., выдержка - 70 сек, измерение - 120 сек) расчетные формулы для нахождения коэффициентов α_{Al} и α_{Si} имеют следующий вид:

$$\alpha_{Al} = 2,504 \cdot 10^{-8} \frac{N'_{i \text{ эт Al}}}{N''_{i \text{ эт Al}}} \quad (6a)$$

$$\alpha_{Si} = 1,755 \cdot 10^{-8} \frac{N'_{i \text{ эт Si}}}{N''_{i \text{ эт Si}}} \quad (7a)$$

При таком способе расчета погрешность определения коэффициента δ не превышает 5% отн. для интегральных загрузок менее $2 \cdot 10^4$ имп/сек и продолжительности измерений до 4 минут. При этом возможная максимальная дополнительная погрешность анализа не превышает 0,2% отн.

3. Определение калибровочных коэффициентов

Калибровочные коэффициенты α_{Si} и α_{Al} находят по данным, полученным при измерении эталонных проб:

$$\alpha_{Si} = \frac{N'_{этSi} \cdot \delta_{этSi}}{P_{этSi} \cdot N_{этSi}^M \cdot j_{этSi}^{Si} \cdot C_{этSi}^{Si}} \quad (3)$$

$$\alpha_{Al} = \frac{(N''_{этAl} - \bar{K} N'_{этAl}) \cdot \delta_{этAl}}{P_{этAl} \cdot N_{этAl}^M \cdot j_{этAl}^{Al} \cdot C_{этAl}^{Al}} \quad (9)$$

где: $N'_{этSi}$ - число импульсов за вычетом фона, измеренное в первом канале при анализе эталона кремния;

$N'_{этAl}$ и $N''_{этAl}$ - число импульсов за вычетом фона в первом и втором каналах при анализе эталона алюминия;

$P_{этAl}$ и $P_{этSi}$ - вес эталонов алюминия и кремния, г;

$N_{этSi}^M$ и $N_{этAl}^M$ - число импульсов в канале монитора при анализе эталона кремния и алюминия;

$\delta_{этSi}$ и $\delta_{этAl}$ - поправочные коэффициенты для корректирования просчетов аппаратуры при анализе эталона кремния и эталона алюминия (рассчитываются по формуле 4);

$C_{этSi}^{Si}$ и $C_{этAl}^{Al}$ - эквивалентные содержания SiO_2 в эталоне кремния и Al_2O_3 в эталоне алюминия;

\bar{K} - усредненный спектральный коэффициент, определяемый при анализе кварцевого эталона;

$j_{этSi}^{Si}$ и $j_{этAl}^{Al}$ - коэффициенты для учета ослабления потока нейтронов и гамма-квантов веществом пробы для эталона кремния и эталона алюминия.

4. Определение эквивалентных коэффициентов для учета мешающих элементов

Коэффициент K_P^{Si} (для учета мешающей активации фосфора) находят по отношению макросечения реакции (n, α) активации фосфора ($2,3 \cdot 10^{-3}$ см²/г) к макросечению активации

по (n, ρ) реакции кремния $(4,95 \cdot 10^{-3} \text{ см}^2/\text{г})$. В пересчете на окислы эквивалентный эффект составляет $\sim 0,5\% \text{ SiO}_2$ на $1\% \text{ P}_2\text{O}_5$, т.е. $K_{\text{P}}^{\text{Si}} = 0,5$.

Коэффициенты $K_{\text{Fe}}^{\text{Al}}$ и $K_{\text{Fe}}^{\text{Si}}$ (для учета влияния железа) и $K_{\text{Al}}^{\text{Si}}$ (для учета активации алюминия при определении кремния^{х)}) определяют экспериментально при обработке результатов измерений эталонных проб, приготовленных на основе окислов алюминия, кремния и железа^{xx)}.

$$K_{\text{Fe}}^{\text{Al}} = \frac{N''_{\text{эт Fe}} - \bar{K} \cdot N'_{\text{эт Fe}}}{P_{\text{эт Fe}} \cdot N_{\text{эт Fe}}^{\text{M}} \cdot j_{\text{эт Fe}}^{\text{Al}} \cdot C_{\text{эт Fe}}^{\text{Fe}} \cdot \bar{a}_{\text{Al}}} \quad (\text{I0})$$

$$K_{\text{Fe}}^{\text{Si}} = \frac{N'_{\text{эт Fe}}}{P_{\text{эт Fe}} \cdot N_{\text{эт Fe}}^{\text{M}} \cdot j_{\text{эт Fe}}^{\text{Si}} \cdot C_{\text{эт Fe}}^{\text{Fe}} \cdot \bar{a}_{\text{Si}}} \quad (\text{II})$$

$$K_{\text{Al}}^{\text{Si}} = \frac{N'_{\text{эт Al}} \cdot \delta_{\text{эт Al}}}{P_{\text{эт Al}} \cdot N_{\text{эт Al}}^{\text{M}} \cdot j_{\text{эт Al}}^{\text{Si}} \cdot C_{\text{эт Al}}^{\text{Al}} \cdot \bar{a}_{\text{Si}}} \quad (\text{I2})$$

где: $N'_{\text{эт Fe}}$ и $N''_{\text{эт Fe}}$ - число импульсов за вычетом фона в первом и втором каналах при измерении эталона железа;
 $N'_{\text{эт Al}}$ - число импульсов за вычетом фона в первом канале при измерении эталона алюминия;

\bar{K} - усредненный спектральный коэффициент, определяемый при анализе кварцевых эталонов по формуле (5);

$P_{\text{эт Fe}}$ и $P_{\text{эт Al}}$ - вес эталонов железа и алюминия, г;

$N_{\text{эт Fe}}^{\text{M}}$ и $N_{\text{эт Al}}^{\text{M}}$ - число импульсов в канале монитора при анализе эталонов железа и алюминия;

$\delta_{\text{эт Al}}$ - коэффициент для учета "мертвого" времени при измерении эталона алюминия^{xxx)} (рассчитывают по формуле (4));

$C_{\text{эт Fe}}^{\text{Fe}}$ и $C_{\text{эт Al}}^{\text{Al}}$ - содержание Fe_2O_3 в эталоне железа и Al_2O_3 в эталоне алюминия, %;

х) Вводить поправку на активацию алюминия необходимо только при определении кремния в бокситах. Для других типов пород и руд этой поправкой можно пренебречь.

xx) Эквивалентные коэффициенты $K_{\text{Fe}}^{\text{Al}}$, $K_{\text{Fe}}^{\text{Si}}$ и $K_{\text{Al}}^{\text{Si}}$ определяют 1 раз в месяц.

xxx) Ввиду малой загрузки просчетами измерительной аппаратуры при анализе эталонов железа можно пренебречь.

$j_{эт Fe}^{Al}$, $j_{эт Fe}^{Si}$ и $j_{эт Al}^{Si}$ - коэффициенты для учета ослабления потока нейтронов и гамма-квантов в эталоне железа и в эталоне алюминия;

$\bar{\alpha}_{Al}$ и $\bar{\alpha}_{Si}$ - усредненные калибровочные коэффициенты, определяемые при анализе эталонов алюминия и кремния.

5. Вычисление содержания алюминия и кремния

1. По формулам (2) и (3) рассчитывают суммарные коэффициенты ослабления потока нейтронов и гамма-квантов $j_{пр}^{Al}$ и $j_{пр}^{Si}$.

2. Из результатов измерений вычитают средние значения фона.

3. По формуле (4) вычисляют коэффициент $\delta_{пр}$ для учета просчетов измерительной аппаратуры.

4. По формулам (15) и (14) рассчитывают содержание алюминия - C_{Al} (% Al_2O_3) и кремния - C_{Si} (% SiO_2).

$$C_{Al} = \frac{(\mathcal{N}_{пр}'' - \bar{K}_{пр}') \cdot \delta_{пр}}{P_{пр} \cdot \mathcal{N}_{пр}^M \cdot j_{пр}^{Al} \cdot \bar{\alpha}_{Al}} - \bar{K}_{Fe}^{Al} \cdot C_{Fe} \quad (13)$$

$$C_{Si} = \frac{\mathcal{N}_{пр}' \cdot \delta_{пр}}{P_{пр} \cdot \mathcal{N}_{пр}^M \cdot j_{пр}^{Si} \cdot \bar{\alpha}_{Si}} - \bar{K}_{Al}^{Si} \cdot C_{Al} - \bar{K}_{Fe}^{Si} \cdot C_{Fe} - K_{P_2O_5}^{Si} \cdot \bar{C}_{P_2O_5} \quad (14)$$

где: $\mathcal{N}_{пр}'$ и $\mathcal{N}_{пр}''$ - число импульсов за вычетом фона в первом и втором каналах при измерении активности пробы;
 $\mathcal{N}_{пр}^M$ - число импульсов в канале монитора при анализе пробы^{x)};
 $P_{пр}$ - вес пробы, г;
 C_{Fe} - содержание железа в пробе, % Fe_2O_3 (определяют независимым методом);
 $\bar{C}_{P_2O_5}$ - среднее содержание P_2O_5 для анализируемого типа пород и руд, % P_2O_5 ;
 \bar{K} - усредненный спектральный коэффициент ($n \geq 3$) для учета вклада от активации кремния во втором канале (опреде-

^{x)} Если вес мониторов отличается от среднего более чем на 0,1 г, величину $\mathcal{N}_{пр}^M$ в формулах (13) и (14) заменяют величиной $\frac{\mathcal{N}_{Al}^M}{P_M}$, где P_M - вес монитора в граммах.

ляют по формуле 5 при анализе кварцевого эталона);

\bar{K}_{Al} и \bar{K}_{Si} - усредненные ($n \geq 6$) калибровочные коэффициенты, рассчитываемые по формулам (8) и (9) при обработке результатов анализа эталонов алюминия и кремния;

\bar{K}_{Fe}^{Al} и \bar{K}_{Fe}^{Si} - усредненные ($n \geq 3$) коэффициенты для учета мешающей активации железа при определении алюминия и кремния (рассчитывают по формулам (10) и (11) при анализе эталонов железа);

\bar{K}_{Al}^{Si} - усредненный ($n \geq 3$) коэффициент для учета мешающей активации алюминия при определении кремния (рассчитывают по формуле (12) при обработке результатов анализа эталонов кремния и алюминия);

$K_P^{Si} = 0,5$ - коэффициент для учета мешающей активации фосфора при определении кремния.

Техника безопасности

Работа с использованием генераторов нейтронов должна выполняться в соответствии с действующими санитарными правилами. 9, II.

Для приобретения генератора нейтронов и его эксплуатации следует получить разрешение местных органов санитарного надзора.

При работе с генераторами быстрых нейтронов основными вредными факторами являются:

- поток быстрых нейтронов;
- вторичное гамма-излучение из конструктивных и защитных материалов;
- рентгеновское излучение, возникающее при торможении электронов в ускорительной трубке;
- наведенная радиоактивность воздуха и конструкций;
- наведенная радиоактивность анализируемых проб.

Для стационарных генераторов откачного типа к указанным вредным факторам следует добавить выделение трития из вихлопа форвакуумного насоса и загрязнение тритием конструктивных деталей вакуумной системы установки.

Генератор нейтронов должен размещаться в специально

оборудованном помещении, имеющем принудительную вентиляцию^{х)}.

Защита генератора может быть монолитной или изготовленной из бетонных блоков^{хх)} (приблизительный размер 20x20x60 см)⁸.

Стены внутри помещения должны быть окрашены масляной краской на высоту не менее 2 м от пола. Специальных требований к отделке помещений не предъявляется.

Защитные стенки и перекрытия проектируются и рассчитываются с условием обеспечения допустимого уровня интенсивности ионизирующих излучений в смежных помещениях согласно санитарным правилам ОСП-72⁹.

В данном случае определяющим для расчета является нейтронное излучение. При расчете используется исходная формула:

$$f_d = \frac{N}{4\pi R^2} B \cdot e^{-\Sigma x}$$

где f_d ^{ххх)} - допустимая интенсивность потока быстрых нейтронов в расчетной точке, нейтр/(см²сек.);

N - нейтронный поток генератора (полное количество нейтронов, выходящее из мишени), нейтрон/сек;

R - расстояние от места расположения мишени до расчетной точки, см;

B - фактор накопления (для бетона $B=5$);

e - основание натурального логарифма;

Σ - макроскопическое сечение выведения нейтронов с энергией 14 МэВ (для бетона $\Sigma = 0,073 \text{ см}^{-1}$);

x - необходимая толщина защитного слоя, см.

Вариант защиты камеры, предназначенной для размещения генератора нейтронов НИ-9 с потоком $5 \cdot 10^9$ нейтр/сек, показан на рис. I. Расчет защиты выполнен таким образом, чтобы были обеспечены нормальные условия работы в непосредственной близости у стенок камеры. При такой защите мощность дозы

^{х)} Приточно-вытяжная вентиляция предусматривается в соответствии с требованиями СН-245-63.

^{хх)} Бетон марки 400.

^{ххх)} Для категории лиц, допущенных к работе с ионизирующими излучениями, $f_d = 20$ нейтр/(см²сек) (категория А);

для населения и лиц, не работающих с ионизирующими излучениями, $f_d = 2$ нейтр/(см²сек) (категория Б).

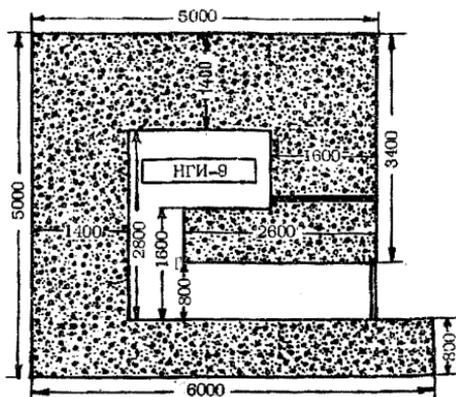


Рис.1. Вариант планировки защитной камеры, предназначенной для размещения генератора нейтронов НГИ-9.

по быстрым нейтронам в непосредственной близости к камере не превышает $1,5 \text{ нейтр}/(\text{см}^2 \text{сек})$, т.е. обеспечиваются условия безопасной работы для персонала группы Б (не работающих с ионизирующими излучениями). Мощность дозы по тепловым нейтронам и гамма-излучению радиационного захвата составляет значительно меньшую часть от предельно-допустимого значения и может не приниматься во внимание. Входная дверь в камеру должна быть оборудована блокирующим устройством. Вход в камеру должен иметь световую и звуковую сигнализацию, заблокированную с системой пуска установки и индикатором наличия нейтронов.

Входить в камеру нейтронного генератора разрешается спустя 30 мин. после выключения потока нейтронов.

В ряде блоков генератора нейтронов и измерительной аппаратуры используется высокое напряжение, в связи с чем при эксплуатации необходимо соблюдать правила работы с напряжением выше 1000 в^{10} .

Пробы транспортируются на облучение и измерение автоматически с помощью пневмопочты, при этом оператор имеет прямой контакт только с неактивированными, а следовательно, и нерадиоактивными пробами.

Мощность дозы от активированных образцов при рекомендованном режиме анализа на расстоянии 30 см не превышает 0,1 мр/час (допустимый уровень 2,8 мр/час), что дает возможность безопасного проведения работы без экранирования сборного контейнера защитным материалом.

Если необходимо работать с уже облученными образцами, следует руководствоваться общими правилами работы с открытыми радиоактивными источниками⁹. При этом надо иметь в виду, что при анализе геологических проб общий уровень наведенной радиоактивности в основном определяется образованием короткоживущих изотопов с периодом полураспада менее 10 мин, активность которых быстро уменьшается практически до уровня фона в течение часа.

Вскрытие ампул с пробами допускается только через сутки с момента облучения.

Все лица, поступающие на работу, связанную с обслуживанием и эксплуатацией генераторов нейтронов, должны проходить предварительный и периодический (один раз в год) медицинский осмотр. К работе допускаются лица не моложе 18 лет.

Все вновь поступающие должны быть обучены безопасным методам работы, а также должны пройти специальный инструктаж. Повторный инструктаж на рабочих местах проводится каждые 6 месяцев. Данные о проведении инструктажа и проверке знаний (один раз в год) должны фиксироваться в специальном журнале.

Все лица, принимающие участие в аналитических работах, должны обеспечиваться спецодеждой на общих основаниях.

В помещениях, где расположены генераторы нейтронов и анализирующая аппаратура, запрещается принимать пищу, курить, пользоваться косметическими средствами. Все лица должны иметь индивидуальные дозиметры на основе ИФК или ДК-0,2.

На всех сотрудников должны заполняться индивидуальные карточки, в которых необходимо регистрировать дозы внешнего облучения характеристики воздушной среды и загрязненности поверхности на рабочих местах.

Дозиметрический контроль должен осуществляться дозиметрической службой предприятия, а при ее отсутствии для этих целей приказом руководителя предприятия или учреждения наз-

начается специальное ответственное лицо, знакомое с правилами безопасного проведения работ с генераторами нейтронов и радиоактивными веществами.

Частота и характер проведения необходимых измерений уровней нейтронного и гамма-излучений, аэрозолей и наведенной радиоактивности устанавливаются администрацией по согласованию с местными органами санитарного надзора, исходя из типа генератора нейтронов и особенностей проводимых работ.

Пример комплектации гамма-спектрометра,
пневмотранспортного и программного уст-
ройств

I. Гамма-спектрометр

Измерительная установка состоит из сцинтилляционного датчика и двух одноканальных анализаторов. Блок-схема установки показана на рис.2. Установку собирают из блоков серийной аппаратуры (табл.6).

Таблица 6

Перечень изделий для комплектования
измерительной установки

Наименование изделия	Т и п	Число шт.
Сцинтилляционный датчик с кристаллом NaJ (Tl) 70x70 мм	БДЭГ2-23	1
Одноканальный дифференциальный амплитудный дискриминатор	ЦД2-1	2
Высоковольтный стабилизированный выпрямитель для питания спектрометрических датчиков	ПВ-2-2	1
Пересчетный прибор	ПС02-2ем	3

Таблица 7

Перечень изделий для комплектования пневмопочты

Наименование изделия	Т и п	Число шт.
Блок облучения	Б0-28-2 по ЕИО.239.003.ТУ	1
Блок измерений	БИ-28А по ЕИО.280.007.ТУ	1
Блок распределения (стрелка)	Р-28 по ЕИО.239.002 ТУ	2
Блок загрузки	Г-28 по ЕИО.239.001 ТУ	1
Блок вентиляей	БВ-1 по ЕИО.885.020	3
Индикационный датчик	Ф-28 по ЕИО.320.010 ТУ	4
Трубы полиэтиленовые	ТВП ^{х)}	
Блок низковольтного питания	ВСА-5а	1

х) Длина полиэтиленовых труб зависит от размеров и формы помещения, в котором находится генератор нейтронов и анализирующая аппаратура.

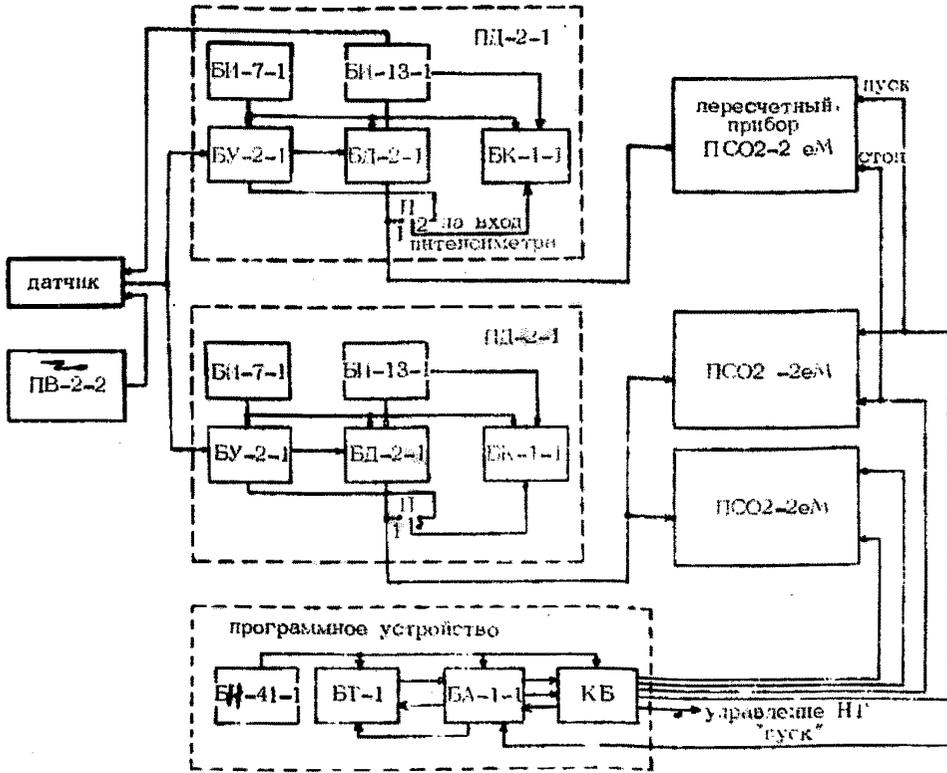


Рис. 2. Блок-схема измерительной установки и программного устройства.

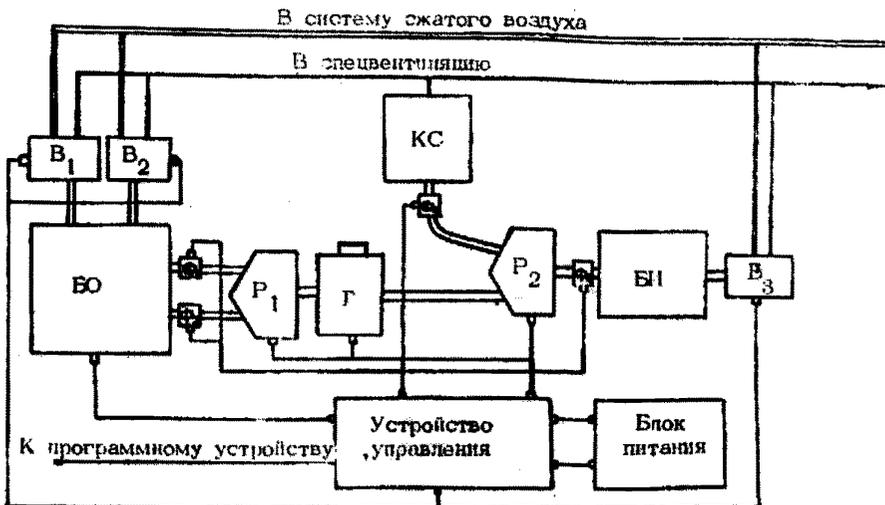


Рис. 3. Блок-схема компоновки узлов пневмолучты.
 ВО - блок облучения; БИ - блок измерения; Г - блок загрузки;
 P₁ и P₂ - стрелочные путевые распределители;
 КС - контейнер сброса; V₁, V₂, V₃ - блоки электропневматических
 вентиляей; Ф₁ - Ф₂ - датчики фоторегистраторов.

2. Пневмотранспортное устройство

Для пневмотранспортного устройства используются унифицированные элементы автоматизированной системы АРС-28⁵. Функциональная блок-схема компоновки узлов пневмопочты показана на рис.3. Перечень изделий для комплектования пневмопочты дан в табл.7.

3. Программное устройство

Работа установки по заданной временной программе должна обеспечиваться программным устройством, которое создается на базе использования блока электронного секундомера БТ-1, блока автоматического управления БА-1 и командного блока КБ (см.рис.2), основным элементом которого является шаговый искатель ШИ-25.

Принцип работы программного устройства заключается в следующем: с электронного таймера БТ-1 по команде "пуск" непрерывно в течение всего цикла анализа на управляющий вход шагового искателя ШИ-25 поступает импульсы с интервалом 10 сек. При этом подвижный контакт шагового искателя, последовательно замыкаясь с неподвижными в строго заданное время, дублирует включение кнопок "пуск" и "стоп" в пересчетных приборах и в пульте генератора нейтронов. Таким образом, с помощью шагового искателя включается и выключается нейтронный поток и осуществляется запуск и остановка пересчетных приборов.

Электронный таймер БТ-1 управляется по двухступенчатой схеме; непосредственное управление БТ-1 с помощью блока БА-1 и командная связь блока БА-1 с пультом управления пневмопочты.

В исходном состоянии схема пропускания таймером БТ-1 заперта отрицательным напряжением - 20в, вырабатываемым блоком БА-1 в положении "стоп". При этом весьма существенно, что напряжение - 20в подается только в исходном состоянии шагового искателя (через первый неподвижный и подвижный контакты): это необходимо для автоматического возвращения шагового искателя в начальное положение и для исключения возможности преждевременной остановки таймера.

Для автоматического запуска таймера в момент поступле-

ния образца и монитора на облучение используются два реле типа МКУ-48. При этом нормально замкнутые контакты реле включаются параллельно и соответствуют положению "стоп" ручного управления блока БА-1; нормально разомкнутые контакты включаются последовательно и соответствуют положению "пуск"; обмотки реле включаются параллельно индикационным лампочкам, сигнализирующим о нахождении образца и монитора в позиции "облучение". Рекомендуемое включение контактных групп реле обеспечивает автоматический запуск таймера только при одновременном нахождении образца и монитора в камере блока облучения.

Система возвращается в исходное состояние автоматически. Необходимые для комплектования программного устройства детали и изделия перечислены в таблице 8.

Таблица 8

Перечень изделий для комплектования программного устройства

Наименование изделия	Т и п	Число, шт.
Блок электронного секундомера	БТ - I	I
Блок управления	БА-I-I	I
Блок низковольтного питания	БН-4I-I	I
Шаговый искатель	ШИ-25	I
Реле	МКУ-48	2
Каркас блочный	КБК-I	I
Блок частичный вставной	БЧ-I	I

Пример выполнения анализа

Перед проведением массового анализа проб неизвестного состава выполняют следующую работу:

1) определяют разрешающее время τ измерительных каналов установки и постоянные коэффициенты α_{Al} и α_{Si} , необходимые для расчета поправок на "мертвое" время измерительной аппаратуры;

2) определяют эквивалентные коэффициенты для учета мешающей активации железа, фосфора и др. элементов;

3) выполняют внутривлабораторный аттестационный анализ рабочих эталонов.

Определение коэффициентов α_{Al} и α_{Si}

Коэффициенты α_{Al} и α_{Si} рассчитывают по формулам (6^а) и (7^а)^х, используя результаты анализа эталонных проб металлического алюминия и кварца:

$$N'_{\text{эт Al}} = 775236$$

$$N''_{\text{эт Al}} = 136441$$

$$N'_{\text{эт Si}} = 366161$$

$$N''_{\text{эт Si}} = 2022989$$

$$\alpha_{Al} = 2,504 \cdot 10^{-8} \cdot \frac{775236}{136441} = 1,42 \cdot 10^{-7}$$

$$\alpha_{Si} = 1,755 \cdot 10^{-8} \cdot \frac{2022989}{366161} = 0,97 \cdot 10^{-7}$$

Определение эквивалентных коэффициентов

Все коэффициенты за исключением коэффициента $K_p^{Si} = 0,5$, необходимые для учета мешающей активации железа при определении алюминия и кремния, а также мешающей активации алюминия в канале кремния, определяют экспериментально многократным анализом эталонных проб, изготовленных на основе оксидов кремния, алюминия и железа.

В рассматриваемом примере было проанализировано по три эталона кремния (SiO_2), алюминия (Al_2O_3) и железа (Fe_2O_3) - № п/п 2-10 в таблице расчета.

^х Формулы (6^а) и (7^а) справедливы для разрешающего времени установки $\tau = 3 \cdot 10^{-6}$ сек и времени измерения 120 сек. Если эти условия нарушаются, то для вычисления α_{Al} и α_{Si} необходимо пользоваться формулами (6) и (7).

Порядок обработки результатов при нахождении постоянных коэффициентов должен быть следующим: K , α_{Si} , α_{Al} , K_{Al}^{Si} , K_{Fe}^{Al} , K_{Fe}^{Si} . Средние значения коэффициентов определяются усреднением трех результатов. Форма записи дана в таблице. Там же приведены все первичные данные и результаты измерений. Для расчетов используются отсчеты за вычетом натурального фона (нижняя строка в графах 8 и 9). При измерениях активности монитора фоном можно пренебречь.

В рассматриваемом примере вес мониторов различен, и вместо N^M используется $\frac{N^M}{P_M}$ (см. графу 7).

Обработка результатов анализа эталонов кремния

Исходные данные: эталон в ампуле № 1, 100%, SiO_2 (кварц), вес 16,263 г, монитор AI-100, вес - 27,543 г.

Вычисляют поправочный коэффициент j^{Si} для учета ослабления потока нейтронов и гамма-квантов по формуле (3^a) с ($\mu_{Si} = 0,07863$ г/см²):

$$j^{Si} = e^{-\mu_{Si}} = 16,263 \times 0,07863 \times 0,0684 = 0,8932$$

По формуле (5) вычисляют спектральный коэффициент K при $n = 1$:

$$K = \frac{68772}{366121} = 0,1878$$

По формуле (4) вычисляют поправочный коэффициент δ для учета "мертвого" времени измерительной аппаратуры:

$$\delta = (1 + 0,97 \cdot 10^{-7} \cdot 366121) = 1,0355$$

По формуле (8) вычисляют калибровочный коэффициент α_{Si} :

$$\alpha_{Si} = \frac{366121 \cdot 1,0355}{16,263 \cdot 1431,1 \cdot 0,8932 \cdot 100} = 0,18237$$

Аналогично рассчитывают коэффициенты по результатам анализов эталонов в ампулах 3 и 4 и вычисляют среднеарифметические значения:

$$\bar{K} = \frac{0,1878 + 0,1877 + 0,1869}{3} = 0,1875$$

$$\bar{\alpha}_{Si} = \frac{0,18237 + 0,18222 + 0,18255}{3} = 0,18238$$

Обработка результатов анализа эталонов
АЛЮМИНИЯ

Исходные данные: эталон в ампуле № 4, 100% Al_2O_3 , вес - 14,021 г,
монитор AI-103, вес - 27,436 г

По формуле (2^a) вычисляют поправочный коэффициент j^{Al} при
 $(U_{Al} = 0,09852 \text{ см}^2/\text{г})$:

$$j^{Al} = e^{-14,021 \times 0,09852 \times 0,0884} = 0,8851$$

По формуле (3^a) вычисляют j^{Si} при $(U_{Si} = 0,07704$:

$$j^{Si} = e^{-14,021 \times 0,07704 \times 0,0884} = 0,9089$$

По формуле (4) вычисляют δ :

$$\delta = 1 + 1,42 \cdot 10^{-7} \cdot 36496 + 0,97 \cdot 10^{-7} \cdot 1334 = 1,0053$$

По формулам (9) и (12) вычисляют α_{Al} и K_{Al}^{Si} :

$$\alpha_{Al} = \frac{(36746 - 0,1875 \cdot 1334) \cdot 1,0053}{14,021 \cdot 1430,6 \cdot 0,8851 \cdot 100} = 0,020666$$

$$K_{Al}^{Si} = \frac{1334 \cdot 1,0053}{14,021 \cdot 1430,6 \cdot 0,9089 \cdot 100 \cdot 0,18238} = 0,00415$$

Аналогично обрабатывают результаты анализов эталонов в ампулах 6 и 7 и находят среднеарифметические значения:

$$\bar{\alpha}_{Al} = 0,020674 \quad \bar{K}_{Al}^{Si} = 0,00414$$

Обработка результатов анализа эталонов железа

Исходные данные: эталон в ампуле № 7, 100% Fe_2O_3 , вес
- 15,126 г, монитор Ae-106, вес - 27,126 г

Вычисляют: j^{Al} при $(U_{Al} = 0,08847 \text{ см}^2/\text{г})$
 j^{Si} при $(U_{Si} = 0,06773 \text{ см}^2/\text{г})$

$$j^{Al} = e^{-15,126 \times 0,08847 \times 0,0884} = 0,8884$$

$$j^{Si} = e^{-15,126 \times 0,06773 \times 0,0884} = 0,9134$$

Принимают $\delta = 1,0$ и рассчитывают по формулам (10) и (11):

$$K_{Fe}^{Al} = \frac{4782 - 0,1875 \cdot 1288}{15,126 \cdot 1443,7 \cdot 0,8884 \cdot 100 \cdot 0,020674} = 0,1132$$

$$K_{Fe}^{Si} = \frac{1288}{15,126 \cdot 1443,7 \cdot 0,9134 \cdot 100 \cdot 0,18238} = 0,00354$$

Используя результаты анализов эталонов железа в ампулах 7, 8, 9, находят средние значения

$$\bar{K}_{\text{Fe}}^{\text{Al}} = 0,1120$$

$$\bar{K}_{\text{Fe}}^{\text{Si}} = 0,00349$$

Внутрилабораторный аттестационный анализ эталонных проб металлического алюминия и кварца

Эквивалентные содержания SiO_2 и Al_2O_3 в эталонных пробах определяют, используя в качестве эталонов стандартные образцы состава, для которых на основании полученных эквивалентных коэффициентов для фосфора и железа предварительно вычисляют эквивалентные содержания Al_2O_3 и SiO_2 . Например, в стандартном образце в соответствии с паспортом содержится: 46,40% SiO_2 , 21,60% Al_2O_3 , 0,26% P_2O_5 и 10,1% Fe_2O_3 (если содержание железа дано в другой форме, его необходимо пересчитать на Fe_2O_3).

Эквивалентное содержание кремния в стандартном образце:
 $C_{\text{экв. SiO}_2} = 46,40 + 0,5 \cdot 0,26 + 0,00414 \cdot 21,60 + 0,00349 \cdot 10,1 = 46,65\% \text{ SiO}_2$.

Эквивалентное содержание алюминия в стандартном образце:
 $C_{\text{экв. Al}_2\text{O}_3} = 21,60 + 0,112 \cdot 10,1 = 22,73\% \text{ Al}_2\text{O}_3$.

Вычисленные эквивалентные содержания SiO_2 и Al_2O_3 используют при анализе. Внутрилабораторный аттестационный анализ начинают, как обычно, с измерения натурального фона, затем анализируют около 20–25 серий, состоящих из эталонов SiO_2 и Al и стандартных образцов состава (СОС). Последовательность анализов в серии должна быть следующей: эталон кварца, СОС с содержанием SiO_2 не менее 40%, СОС бокситов, эталон металлического алюминия^{XX} (см. таблицу).

По результатам анализа эталона SiO_2 в ампуле II0 по формуле (б) для $\eta = 1$ находят:

$$K = \frac{70890}{37801} = 0,1875$$

X) Анализируют каждую новую партию материала, из которого изготавливают эталонные пробы.

XX) Предполагается, что ампулы с одними и теми же навесками эталонов не используются дважды.

По результатам анализа СОС, содержащего более 40% SiO_2 (ампула 10), по формуле (3^а) находят:

$$j^{\text{Si}} = e^{-0,0884 \cdot 15,300 \cdot 0,0766} = 0,9018$$

По формуле (4) вычисляют δ :

$$\delta = 1 + 0,97 \cdot 10^{-7} \cdot 167563 + 1,42 \cdot 10^{-7} (40421 - 0,1875 \cdot 167563) = 1,0178$$

По формуле (8) находят:

$$\alpha_{\text{Si}} = \frac{167563 \cdot 1,0178}{15,300 \cdot 1451,6 \cdot 0,9018 \cdot 46,65} = 0,18253$$

По результатам анализа СОС бокситов (ампула 50) по формулам (2^а), (4) и (9) находят:

$$j^{\text{Al}} = e^{-0,0844 \cdot 18,121 \cdot 0,102} = 0,8495$$

$$\delta = 1 + 0,97 \cdot 10^{-7} \cdot 14744 + 1,42 \cdot 10^{-7} (27244 - 0,1875 \cdot 14744) = 1,0049$$

$$\alpha_{\text{Al}} = \frac{(27244 - 0,1875 \cdot 14744) \cdot 1,0049}{18,121 \cdot 1422 \cdot 0,8495 \cdot 54,2} = 0,020734$$

По результатам анализа кварцевых эталонов вычисляют средние значения \bar{K} , по результатам анализа СОС (40% SiO_2 и более) вычисляют $\bar{\alpha}_{\text{Si}}$, по результатам анализа СОС бокситов вычисляют $\bar{\alpha}_{\text{Al}}$.

При среднем значении $\bar{\alpha}_{\text{Si}}$ рассчитывают по формуле (14) эквивалентное содержание SiO_2 в каждом кварцевом эталоне (при $C_{\text{Al}} = 0$; $C_{\text{Fe}} = 0$; $\bar{C}_{\text{P}_2\text{O}_5} = 0$). В рассматриваемом примере $\alpha_{\text{Si}} = \bar{\alpha}_{\text{Si}}$, и для эталона в ампуле 110 при $j^{\text{Si}} = 1,0$ величина $C_{\text{экр}}$ вычисляется следующим образом:

$$C_{\text{экр}} = \frac{378081 \cdot 1,0356}{16,356 \cdot 1475,5 \cdot 0,18253} = 88,88\% \text{ SiO}_2$$

При средних значениях \bar{K} и $\bar{\alpha}_{\text{Al}}$ рассчитывают по формуле (13) эквивалентное содержание Al_2O_3 в каждом металлическом эталоне алюминия (при $C_{\text{Fe}} = 0$). В рассматриваемом примере (ампула 120)

$$\alpha_{\text{Al}} = \bar{\alpha}_{\text{Al}} ; j^{\text{Al}} = 1,0 \text{ и}$$

$$C_{\text{экр}} = \frac{(125046 - 0,1875 \cdot 4765) \cdot 1,0197}{27,544 \cdot 1474,1 \cdot 0,020734} = 150,38\% \text{ Al}_2\text{O}_3$$

Таблица 9

№ п.п.	Исходные данные						Экспериментальные данные			Результаты обработки экспериментальных данных							
	№ и проба	1) Содерж. Fe ₂ O ₃ , %	1) Экв. сод. Al ₂ O ₃	1) Экв. сод. SiO ₂	1) № мониторинг	1) Вес, г	1) N ^M	1) N ^I	1) N ^{II}	1) K(N ^I -N ^{II}) ^{0.4}	δ	Содержание Al ₂ O ₃ без учета реакции Fe	с учетом вклада Fe	1) K ^{Si} ·C _{Al₂O₃}	2) 0,5C _{Fe₂O₃}	Содержание SiO ₂ без коррекции	с учетом вклада Al, Fe, P
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
1	Фон					42	40	110									
Определение эквивалентных коэффициентов																	
2	Эт. SiO ₂	100% SiO ₂	1	16,265	0,8922	Al-100 27,543	39418 1431,1	366151 366121	68872 68772	K= 0,1878	1,0255						α _{Si} = 0,18327
3	"	"	2	16,304	0,8922	Al-101 27,595	39559 1433,5	367356 367315	69045 68945	K= 0,1877	1,0256						α _{Si} = 0,18222
4	"	"	3	16,289	0,8932	Al-102 27,496	39314 1429,7	365706 366536	68540 68580	K= 0,1869	1,0256						α _{Si} = 0,18255
Средние значения																	α _{Si} = 0,18238
5	Эт. Al ₂ O ₃	100% Al ₂ O ₃	4	14,621	0,8851	Al-103 27,456	39250 1430,6	1374 1394	36846 36746	250 36496	1,0053	α _{Al} = 0,020668					K _{Al} ^{Si} = 0,00415
6	"	"	5	13,924	0,8851	Al-104 27,610	39521 1431,4	1365 1325	36683 36583	248 36336	1,0053	α _{Al} = 0,020700					K _{Al} ^{Si} = 0,00414
7	"	"	6	14,031	0,8851	Al-105 27,507	39393 1432,1	1376 1336	36831 36781	250 36531	1,0053	α _{Al} = 0,020549					K _{Al} ^{Si} = 0,00414
Средние значения																	K _{Al} ^{Si} = 0,00414
8	Эт. Fe ₂ O ₃	100% Fe ₂ O ₃	7	15,126	0,8884	Al-106 27,125	39163 1443,7	1328 1288	4832 4782	242 4540	1,0	K _{Fe} ^{Al} = 0,1132					K _{Fe} ^{Si} = 0,00354
9	"	"	8	15,309	0,8884	Al-107 27,549	39574 1426,5	1296 1256	4843 4743	243 4500	1,0	K _{Fe} ^{Al} = 0,1114					K _{Fe} ^{Si} = 0,00343
10	"	"	9	15,204	0,8884	Al-108 27,503	39335 1430,2	1304 1264	4799 4699	244 4455	1,0	K _{Fe} ^{Al} = 0,1125					K _{Fe} ^{Si} = 0,00349
Средние значения																	K _{Fe} ^{Si} = 0,00349

Пример расчета

1) По формулам (2а) и (3а) вычисляют коэффициенты j^{Al} и j^{Si}

$$j^{Al} = e^{-0,0884 \cdot 18,002 \cdot 0,102} = 0,8502$$

$$j^{Si} = e^{-0,0884 \cdot 18,002 \cdot 0,0807} = 0,8795$$

2) Рассчитывают поправки: на активацию железа

$$23,18 \cdot 0,1120 = 2,60\% \text{ Al}_2\text{O}_3$$

$$23,18 \cdot 0,00349 = 0,08\% \text{ SiO}_2$$

на активацию фосфора

$$0,5 \cdot 0,2 = 0,10\% \text{ SiO}_2$$

на активацию алюминия в канале кремния

$$0,00414 \cdot 59,09 = 0,24\% \text{ SiO}_2$$

3) По формуле (4) находят коэффициент δ :

$$\delta = 1 + 0,97 \cdot 10^{-7} \cdot 4054 + 1,42(28814 - 0,1875 \cdot 4054) = 1,0044$$

4) По формулам (13) и (14) находят содержания алюминия и кремния для первой навески:

$$C_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{(28926 - 0,1875 \cdot 3976) \cdot 1,0044}{18,002 \cdot 0,8502 \cdot 1450 \cdot 0,020674} - 2,60 = 59,09\%$$

$$C_{\text{SiO}_2} = \frac{3976 \cdot 1,0044}{18,002 \cdot 0,8795 \cdot 1450 \cdot 0,18238} - 0,10 - 0,08 - 0,24 = 0,53\%$$

5) Аналогично обрабатывают результаты измерений, полученные при анализе второй навески, и находят:

$$C_{\text{SiO}_2} = 0,54\% \quad C_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 58,15\%$$

6) Вычисляют средние значения:

$$\bar{C}_{\text{SiO}_2} = 0,54\% \quad \bar{C}_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 58,62\%$$

Эквивалентные содержания SiO_2 и Al_2O_3 , полученные для эталонов, усредняют и используют при последующем анализе проб неизвестного состава.

Рядовой анализ проб неизвестного состава

Содержания Al_2O_3 и SiO_2 в анализируемых пробах определяют аналогично: измеряют фон, анализируют кварцевые эталоны, по результатам измерений которых определяется \bar{K} (при $n \geq 3$) и \bar{a}_{Si} (при $n \geq 6$) для конкретного дня измерения; анализируют эталоны металлического алюминия и находят \bar{a}_{Al} (при $n \geq 6$) для того же дня измерения. Анализируют две параллельные навески пробы, в каждой из которых определяют Al_2O_3 и SiO_2 . Результаты усредняют. Пример расчета результатов анализа приведен в конце табл.9.

Литература

1. Алиев А.И. и др. Ядерно-физические константы для нейтронного активационного анализа (справочник). Атомиздат, М., 1969.
2. Вартанов Н.А., Самойлов П.С. Прикладная сцинтилляционная гамма-спектроскопия. Атомиздат, М., 1969.
3. Гольдманский В.И. и др. Статистика отсчетов при регистрации ядерных частиц. Физматиздат, М., 1959.
4. Горбушина Л.В. и др. Радиометрия и ядерная геофизика. Изд-во "Недра", М., 1971.
5. Комплекс аппаратуры АРС для автоматизации активационного анализа. В.О. "Изотоп", М., 1972.
6. Межиборская Х.Б. и др. Анализ радиоактивных руд гамма-методом. Атомиздат, М., 1960.
7. Методы лабораторного контроля качества аналитических работ. Методические указания ИСАМ., М., ВИС, 1975.
8. Николаенко О.К., Штань А.С. Установка для нейтронно-активационного анализа на кислород. Атомная энергия, т.23 вып.5, с.472, 1967.
9. Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений ОСП-72. М., Атомиздат, 1973, 55.

10. Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей. М., Атомиздат, 1975.

11. Санитарные правила размещения и эксплуатации генераторов нейтронов № 673-67 (СП № 673-67). М., Атомиздат.

12. Флуоресцентный рентгенорадиометрический метод определения железа в кварцитовых рудах и продуктах их переработки. Инструкция НСАМ № 84-ЯФ. М., ВИМС, 1969.

13. Hoste J. et al. CRC activation analysis. London, Butterworths, 1971.

Изъятые из употребления инструкции	Заменяющие их инструкции
№ 52 - X	№ 103 - X
№ 53 - X	
№ 92 - X	№ 113 - X
№ 90 - X	№ 115 - X
№ 9 - ЯФ	№ 116 - ЯФ
№ 13 - X	№ 119 - X
№ 107 - С	№ 141 - С
№ 8 - С	№ 150 - С
№ 95-ЯФ	№ 158-ЯФ

ВИМЖ
 Научным советом по
 аналитическим методам
 1.Х.1974г.

"УТВЕРЖДАЮ"
 Начальник управления научно-
 исследовательских организаций
 Мингео СССР, член коллегии
 25 декабря 1974г. Ч.П.ЛАВЕРОВ

К Л А С С И Ф И К А Ц И Я
 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 внутривлабораторного контроля (см. Приложение)	0,33
		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 $99,9 \pm 1,50\%$	
II	Полный анализ	Среднеквадратичные отклонения результатов определения главных (содержание более 5%) компонентов должны быть в три раза меньше допустимого среднеквадратичного отклонения	0,33
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения отдельных компонентов не должны превышать допустимого среднеквадратичного отклонения	I
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,1%, должна лежать в интервале $99,5 \pm 0,80\%$	
		Сумма компонентов, если определены все компоненты при содержании каждого выше 0,01%, должна лежать в интервале $99,9 \pm 0,80\%$	
III	Анализ рядовых проб	Среднеквадратичное отклонение результатов определений не должно превышать допустимых среднеквадратичных отклонений	I
		Среднеквадратичные отклонения результатов определения могут превышать допустимое среднеквадратичное отклонение не более, чем в два раза (по особой договоренности с заказчиком)	I-2
IV	Особо точный анализ геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения должны быть в два раза меньше допустимых среднеквадратичных отклонений	0,5
V	Анализ рядовых геохимических проб	Среднеквадратичные отклонения результатов определения не должны превышать удвоенную величину допустимого среднеквадратичного отклонения	2
VI	Полуквантитативный анализ		Воспроизводимость определений 4-10 проб (интервалов) на один порцион содержащий с доверительной вероятностью 68%
VII	Качественный анализ		Точность определений не нормируется

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