


УТВЕРЖДАЮ
Зам. директора ИГНД по УР


_____ В.К. Бернатонис
«12» ноября 2008 г.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ РАДИОАКТИВНЫХ РУД И МИНЕРАЛОВ

Методические указания к выполнению лабораторных работ
по курсу «Методы исследования радиоактивных руд» для магистрантов,
обучающихся по направлению
130100 «Геология и разведка полезных ископаемых»

Составитель **А.В. Волостнов**

Издательство
Томского политехнического университета
2008

УДК 553.495:549(076.5)
ББК 26.341.5я7
М54

Методы исследования радиоактивных руд и минералов:
М54 методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу «Методы исследования радиоактивных руд» для магистрантов, обучающихся по направлению 130100 «Геология и разведка полезных ископаемых» / сост. А.В. Волостнов. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2008. – 48 с.

ISBN 5-98298-230-X

УДК 553.495:549(076.5)
ББК 26.341.5я7

Методические указания рассмотрены и рекомендованы
к изданию методическим семинаром кафедры
геоэкологии и геохимии ИГНД
«20» декабря 2007 г.

Зав. кафедрой

доктор геолого-минералогических наук,
профессор



Л.П. Рихванов

Председатель

учебно-методической комиссии



Н.Г. Квеско

Рецензент

Доктор геолого-минералогических наук,
профессор ТГАСУ
А.В. Мананков

ISBN 5-98298-230-X

© Волостнов В.И., составление, 2008
© Составление. Томский политехнический университет, 2008
© Оформление. Издательство Томского политехнического университета, 2008

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	4
Лабораторная работа № 1 Радиометрические и гамма-спектрометрические исследования (определение общей радиоактивности и выявление природы радиоактивности)	5
Лабораторная работа № 2 Определение рудных минералов под микроскопом по их диагностическим свойствам	8
Лабораторная работа № 3 Диагностика рудных минералов методом отпечатков.	12
Лабораторная работа № 4 Диагностика минералов урана и тория с помощью микрхимических реакций.	14
Лабораторная работа № 5 Анализ шлихов комплексом методов исследования.....	18
Лабораторная работа № 6 Определение химического состава вещества локальным спектральным анализом с лазерным отбором пробы	21
Лабораторная работа № 7 Определение минерального состава рентгеноструктурным анализом	24
Лабораторная работа № 8 Люминесцентное исследование минералов	28
Лабораторная работа № 9 Изучения характера распределения и форм нахождения элементов методом макрорадиографии	30
Лабораторная работа № 10 Определение природы радиоактивности минералов по их микрорадиографиям.	32
Лабораторная работа № 11 Определение характера распределения и содержания элементов в минералах методом осколочной радиографии (f -радиографии).....	35
Лабораторная работа № 12 Диагностика вещества комплексом методов	38
Список литературы	40
Приложение 1	43
Приложение 2	45
Приложение 3	46

ВВЕДЕНИЕ

Методические указания к выполнению лабораторных работ «Методы исследования радиоактивных руд и минералов» предназначена для магистрантов и студентов, обучающихся по специальностям, связанным с разведкой, поиском и разработкой радиоактивного сырья магистерская программа «Урановая геология» по направлению 130100 «Геология и разведка полезных ископаемых». В настоящих методических указаниях представлен цикл лабораторных работ, в которых рассматриваются основные методы, применяющиеся для изучения радиоактивных руд и минералов в современных исследованиях.

Курс «Методы исследования радиоактивных руд и минералов» преследует своей целью не только обучить студентов методам, применяемым при изучении вещественного состава руд и минералов, но и научить целенаправленно комплексировать изученные методы.

Предлагаемые лабораторные работы с элементами научных исследований, предназначены для самостоятельного выполнения студентами и магистрантами под руководством преподавателя. После выполнения основных лабораторных работ студентам и магистрантам предлагается выполнить итоговую контрольную работу по диагностике вещества комплексом методов.

Лабораторная работа № 1

РАДИОМЕТРИЧЕСКИЕ И ГАММА-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ (ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ РАДИОАКТИВНОСТИ И ВЫЯВЛЕНИЕ ПРИРОДЫ РАДИОАКТИВНОСТИ)

Радиометрические и спектрометрические методы широко применяются на всех этапах поиска, разведки и эксплуатации месторождений полезных ископаемых для определения природных радионуклидов в горных породах, рудах и продуктах их переработки.

Целью лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования радиоактивных руд и минералов», и приобретение навыков использования радиометрических и спектрометрических методов для определения радиоактивности пород в естественном залегании и поиска радиоактивных руд или дифференциации пород при геологическом каротировании. Кроме того, необходимо познакомиться с лабораторными полевыми радиометрическими и спектрометрическими методами, которые применяются для определения содержания радиоактивных элементов в пробах руд, горных пород и минералов.

Лабораторная работа состоит из двух этапов.

1 этап. Измерение мощности экспозиционной дозы гамма-излучения

На первом этапе проводятся измерения предлагаемых образцов руды и горных пород портативным радиометром. В качестве рабочего прибора используется портативный радиометр СРП 68-01. Радиометр типа СРП 68-01 (сцинтилляционный радиометр портативный) – поисковый геологоразведочный прибор с высокой чувствительностью и непрерывным режимом наблюдения. Детектором является сцинтилляционный кристалл NaI. Прибор сохраняет работоспособность в интервале температур от -20 до $+50$ °С, относительной влажности воздуха до 90 % при температуре 30 °С. СРП-68-01 позволяет проводить измерение мощности экспозиционной дозы γ -излучения в пределах от 0 до 3000 мкР/ч (3 мР/ч). Время установления рабочего режима не превышает 1 мин. Прибор способен непрерывно работать в течение 8 ч. Отклонение показаний не более ± 10 %. Комплект питания включает девять элементов типа 343 (12 В). Масса рабочего комплекта 3,6 кг, в укладочном ящике 9,5 кг. Прибор состоит из пульта (РПГ4-01), блока детектирования (БДГ4-01), комплекта запасных частей, инструмента, документации и укладочного ящика.

Подготовка к работе СРП 68-01

1. Замените при необходимости батареи питания в измерительном пульте (ПИ).

2. Перевести переключатель рода работ в положение ВЫКЛ, проверить расположение стрелки измерительного прибора в положении на нуле. Если стрелка не находится на нулевом положении, то установить ее на нуль корректором, предварительно отвернув заглушку на панели пульта.

Проведение измерений

1. Перевести переключатель предела измерений (ПИ) на соответствующий предел – мкР/ч. Предел измерения следует выбирать так, чтобы показания прибора составляли не менее 30 % полной шкалы.

1.1. Прибор настраивается на оптимальный режим согласно инструкции по эксплуатации прибора.

1.2. Чувствительность радиометра, определяемая по контрольному источнику γ -излучения, должна соответствовать паспортным данным.

1.3. Все радиометры, предназначенные для измерения γ -фона, должны предварительно градуироваться в поверочных лабораториях, имеющих соответствующие разрешения на проведение подобных работ.

1.4. При проведении измерений образцов датчик прибора прикладывается непосредственно к образцу.

2. Установить в зависимости от мощности экспозиционной дозы (МЭД) с помощью переключателя РР постоянную времени 2,5 или 5 с. При постоянной времени 5 с повышается точность и инерционность прибора.

Погрешность измерений можно существенно уменьшить, если вычислить показание в данной точке как среднее арифметическое из 5–10 измеренных величин за 30...60 с наблюдения. В процессе проведения измерений заполняется сводка измерений мощности дозы γ -излучения всех исследуемых образцов табл. 1.

Таблица 1

Сводка измерений мощности дозы γ -излучения

№	Описание образца и его №	Дата и время измерения	МЭД, мкР/ч	ФИО измеряющего

3. По результатам проведенных измерений дается предварительная характеристика образцов и делаются выводы.

2 этап. Определение природы радиоактивности и удельной активности природных радионуклидов (U, Th, K) гамма-спектрометрическим методом

Методы γ -спектрометрические позволяют выявлять природу радиоактивности, определять концентрацию природных радионуклидов (ПРН): урана (по радию), тория и калия в различных средах – в горных породах, воде и воздухе. Эти методы основаны на различиях спектрального состава γ -излучения урано-радиевого и ториевого рядов и калия.

Приборы, с помощью которых определяют концентрации ПРН, называются спектрометрами или концентрометрами. В настоящей работе используется концентрометр РКП-305.

Прибор РКП-305 предназначен для полуавтоматического определения концентрации калия, урана (по радию) и тория в полевых условиях. В состав прибора входит: пульт измерительный (ПИ); блок датчика (БДН); устройство определения порогов (в сборе).

Время установления рабочего режима прибора – до 5 мин. Климатические условия работы в полевых условиях: температура от 0 до 40 °С.

Порядок работы

1. Процесс измерения.

1.1. Установите блок детектирования, подготовленного к работе прибора на точку измерения.

1.2. Нажмите кратковременно кнопку ПУСК и подождите окончание времени экспозиции (мин.), т. е. до окончания колебаний стрелки.

1.3. Нажмите поочередно кнопки K, Ra, Th и считайте с цифрового индикатора чисел концентрации калия, урана и тория.

Результаты измерений сохраняются вплоть до пуска следующей экспозиции или выключения прибора. При необходимости вывод информации может быть повторен. Для переноса у прибора имеются ручки и ремень. Ремень позволяет нести ПИ с закрепленным БДН.

2. По результатам проведенных измерений строится таблица измерений концентраций, урана (по радию), тория и калия (табл 2).

3. По полученным результатам измерений сделайте выводы о характере нахождения ПРН в образцах.

Таблица 2

Сводка определения концентраций, урана (по радию), тория и калия

№	Описание образца и его №	Дата и время измерения	Содержание			ФИО измеряющего
			U, г/т	Th, г/т	K, %	

Содержание и оформление отчета

Отчет о лабораторной работе выполняется на листах белой бумаги формата А4 в печатном виде (приложение 1). Объем текста – 5...7 с. Работа должна содержать:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Назначение, состав, основные характеристики приборов.
4. Порядок работы с приборами и проведения измерений.
5. Составление сводки измерения.
6. Выводы о результатах выполнения работы.
7. Список используемой литературы.

Список рекомендуемой литературы

1. Рихванов Л.П. Общие и региональные проблемы радиоэкологии. – Томск: Изд-во ТПУ, 1997. – 410 с.
2. Справочник по радиометрии / под. ред. А.И. Колосова. – М.: Госгеолтехиздат, 1957. – 198 с.

Лабораторная работа № 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РУДНЫХ МИНЕРАЛОВ ПОД МИКРОСКОПОМ ПО ИХ ДИАГНОСТИЧЕСКИМ СВОЙСТВАМ

Целью предлагаемой лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования радиоактивных руд и минералов». Для выполнения данной лабораторной работы студенту предоставляется аншлиф горной породы, в котором необходимо провести диагностику рудных минералов по их оптическим, физическим и химическим свойствам.

Схема исследования аншлифа

1 этап. Определение диагностических свойств рудных минералов

Определение диагностических свойств рудных минералов производится оптическим способом в отраженном плоско поляризованном свете на рудных микроскопах типа ПОЛАМ. Для каждого рудного минерала необходимо определить оптические и собственно физические свойства. Оптические свойства включают отражательную способность, цвет или дисперсию отражательной способности, двуотражение, анизотропию, внутренние рефлексии. Изучать оптические свойства рудных минералов следует в указанной последовательности: в первую очередь, свойства, наблюдаемые в параллельных николях, затем – в скрещенных николях.

Отражательная способность – свойство минералов отражать падающий на его полированную поверхность свет определенной интенсивности.

Показатель отражения (R) минерала – функция показателя преломления (N) и коэффициента поглощения (K). Отражательную способность определяют относительно эталонов отражательной способности – галенита и сфалерита (выше галенита, выше сфалерита, но меньше галенита, ниже сфалерита).

Цвет. Цвет рудных минералов в отраженном свете – это следствие дисперсии отражательной способности. Цвет оценивается по зрительному восприятию при сопоставлении с эталонами цветов: со сфалеритом (серый), галенитом (белый), теннантитом (светло-серый), халькопиритом (желтый), пирротином (кремовый), никелином (кремово-розовый), ковеллином (синий).

Двуотражение. Явление двуотражения наблюдается у анизотропных кристаллов, показатели отражения которых неодинаковы для различных направлений. Явление двуотражения заключается в том, что анизотропный минерал при наблюдении под микроскопом с одним николем-поляризатором, при вращении предметного столика, меняет свою яркость или цвет через 90° .

Анизотропия. По отношению к поляризованному свету минералы делятся на анизотропные и изотропные. Анизотропию наблюдают при двух николях. При повороте столика микроскопа на 90° , происходит изменение цвета или интенсивности окраски.

Внутренние рефлексии. Это явление, обусловленное проникновением на некоторую глубину падающего света и отражением его от внутренних частей минерала. Наличие внутренних рефлексий определяется при помощи косоугольного освещения.

Твердость. Студентам предлагается определить твердость минералов любым доступным способом: по характеру полированной поверхности, рельефу светлой линии, рельефу путем косоугольного освещения, абразивным штрихам, металлическим иглам (при помощи стальной иглы, твердость которой равна 5, при помощи медной иглы, твердость которой – 3).

Магнитность. Методы определения магнитности минералов: с помощью магнитной стрелки, намагниченной стальной иглой, магнитом.

2 этап. Диагностика рудных минералов с указанием размеров и процентного содержания минералов

По установленным диагностическим свойствам определяется минеральный состав данного студенту аншлифа по определительным таблицам С.А. Юшко (1976, 1978). Например, минерал с отражательной способностью выше чем у галенита, желтовато-белого цвета, изотропный, без внутренних рефлексий, высокой твердости, немагнитный. По определительной таблице С.А. Юшко находим название минерала – пирит. Также производится диагностическое травление и качественный микрохимический анализ. В тех случаях, когда минеральные выделения вызывают затруднения в диагностике, необходимо использовать другие

методы исследования. Измерение минеральных зерен под микроскопом проводится с помощью объект-микрометра. Для этого необходимо определить цену деления окуляр-микрометра при различных объективах.

Цена деления определяется следующим образом: объект-микрометр устанавливается на столик микроскопа, а затем микрометрическую линейку окуляр-микрометра совмещают с аналогичной объект-микрометра и подсчитывают, скольким делениям объект-микрометра соответствует одно деление микрометрического окуляра.

Пример: 20 делений микрометрического окуляра соответствует 26 делениям объект-микрометра, так как каждое деление объект-микрометра равняется 0,01, то одно деление микрометрического окуляра будет равно $0,26:20 = 0,013$ мм.

Для подсчета процентного содержания минералов в аншлифах студентами осваивается сравнительный метод с помощью палеток. Необходимо также выполнить зарисовки или фотографирование изучаемых минералов.

3 этап. Изучение текстурно-структурных особенностей руды, анализ взаимоотношений выявленных минералов и их генераций

На третьем этапе проводится изучение текстурно-структурных особенностей руды с анализом взаимоотношений выявленных минералов и их генераций. Текстуры руд характеризуются минеральными агрегатами, что способствует выделению стадий и ступеней минералообразования. Для структур руд характерны минеральные индивиды, которые и определяют последовательность в выделении минералов на каждой стадии. Вопрос о стадийности минералообразования довольно сложен и требует детальной проработки. В приложении 3 изложены материалы которые помогут как в решении конкретной задачи, так и в дальнейшей деятельности.

При изучении текстурно-структурных особенностей руд необходимо делать зарисовки или фотографии установленных взаимоотношений минеральных агрегатов и отдельных минералов.

4 этап. Составление схемы последовательности минералообразования

На четвертом этапе проводится самостоятельное составление схемы последовательности минералообразования (табл. 3).

1. Указываются эпохи минералообразования – эндогенная (гипогенная); экзогенная (гипергенная), если минералы этих эпох присутствуют.
2. Выделяются этапы минералообразования (гидротермальный, магматический, скарновый, пегматитовый, выветривания, окисления и др.).
3. Намечаются стадии – дорудная, рудная, пострудная – или выделяются по минеральным ассоциациям.
4. Если в стадии есть надежные признаки, то можно выделить ступени минералообразования.

5. Минералы записываются в строгой последовательности выделения.
6. На схеме показываются периоды тектонического дробления различной высотой кривых.
7. Текстуры и структуры руд приводятся согласно описаниям в тексте.

Содержание и оформление отчета

Отчет о лабораторной работе выполняется в печатном виде (приложение 1) на листах белой бумаги формата А4. Объем текста 5...7 с. Работа должна иметь следующие разделы:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Оптические исследования с минеральной характеристикой аншлифа.
4. Минеральный состав руды и ее текстурно-структурные особенности.
5. Схема последовательности минералообразования.
6. Выводы с предположениями об условиях образования объекта и его промышленной ценности.
7. Список используемой литературы.

Таблица 3

Схема последовательности минералообразования

Минералы	Гидротермальный этап			Этап выветривания	
	Стадия				
	Кварц-пиритовая	Халькопирит-сфалерит-галенитовая	Кварц-кальцитовая		
Кварц	_____				
Пирит	██████				
Арсенопирит	_____				
Халькопирит		██████			
Тетраэдрит		=====			
Сфалерит		_____			
Галенит			_____		
Кальцит			_____		
Халькозин				_____	
Ковеллин				_____	
Тектоника дробления					
Минерально парагенетические ассоциации и формы их проявления	Кварц-пирит-арсенопирит жилы	Халькопирит-тетраэдрит-сфалерит. Цемент брекчий	Кальцит-галенит. Галенит, прожилки, вкрапленность	Кварц-кальцит. Кальцит, жилы, прожилки	Халькозин-ковеллин
Текстуры руд	Массивная, брекчиевидная		Прожилково-вкрапленная	Прожилковая, друзовая	Петельчатая
Структуры руд	Гипидиоморфн озернистая, скелетная, коррозионная	Аллотриоморф нозернистая эмульсионная распада твёрдых растворов	Аллотриоморф нозернистая	Аллотриоморф нозернист. Гипидиоморфн озернистая	Метасоматического замещения
%	10–50 %	5–10 %	1,5 %	1 %	

█████ -50 %; ██████ -10–50 %; ██████ -5–10 %; _____ -1,5 %; _____ -1 %

Список рекомендуемой литературы

1. Гинзбург А.И., Кузьмин В.И., Сидоренко Г.А. Минералогические исследования в практике геологоразведочных работ. – М.: Недра, 1981. – 237 с.
2. Крейг Дж., Воган Д. Рудная микроскопия и рудная петрография. – М.: Мир, 1983. – 423 с.
3. Методы минералогических исследований. Справочник / под ред. А.И. Гинзбурга. – М.: Недра, 1985. – 480 с.
4. Текстуры и структуры урановых руд эндогенных месторождений / под ред. Р.П. Петрова. – М.: Атомиздат, 1977. – 280 с.

Лабораторная работа № 3

ДИАГНОСТИКА РУДНЫХ МИНЕРАЛОВ МЕТОДОМ ОТПЕЧАТКОВ

Метод отпечатков, называемый также контактным, широко используется в минераграфии при изучении рудных минералов в отраженном свете.

Целью лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования радиоактивных руд и минералов», и практическое ознакомление с реакциями по методу отпечатков, применяемого для установления химических элементов, входящих в состав рудных минералов, и обнаружения урановых минералов в руде с последующим заключением о характере их распределения.

Порядок выполнения работы

Метод отпечатков основан на том, что при соприкосновении поверхности минерала (лучше пришлифованной, но не обязательно) с фотобумагой, на последней после проявления образуется нерастворимый осадок соли.

Для получения стойкого отпечатка реактив, применяемый в качестве проявителя, должен давать с испытуемым химическим элементом нерастворимые в воде соли. В противном случае, при промывании отпечатка водой, цвет осадка становится очень бледным и может полностью исчезнуть. Иногда один и тот же реактив может дать цветные реакции с несколькими химическими элементами, входящими в состав анализируемых минералов.

В качестве растворителя обычно применяется азотная кислота (различных концентраций), которая образует растворимое соединение урана – нитрат уранила $UO_2(NO_3)_2$. Проявителем служит 5...20 % раствор ферроцианида калия $K_4[Fe(CN)_6]$, который, взаимодействуя с нитратом уранила, дает на фотобумаге нерастворимый в воде осадок комплексной соли $K_2UO_2[Fe(CN)_6]$. Фотобумагу можно заменить обычной чертежной или фильтровальной бумагой, не требующей предварительной обработки.

Получение отпечатка производится следующим образом. Фотографическая (чертежная или фильтровальная) бумага смачивается азотной кислотой, излишки которой примерно через 1 мин (т. е. после пропитывания бумаги) удаляют при помощи фильтра. Для этой цели смоченная растворителем фотобумага помещается между двумя листочками фильтровальной бумаги. Фотобумага должна быть влажной, но не мокрой. Затем к влажной поверхности бумаги на 1...3 мин прижимают рукой или специальным прессом полированный шлиф или штуф; при этом находящаяся в порах бумаги азотная кислота растворяет тонкий поверхностный слой урановых минералов. По истечении необходимой экспозиции, которая зависит, главным образом, от степени растворения минерала, бумага снимается со шлифа и обрабатывается проявителем, после чего образуется красновато-коричневый отпечаток, строго соответствующий контурам выделений минералов. Полученный отпечаток тщательно промывается в воде и высушивается.

Чтобы получить четкий и устойчивый отпечаток на фотобумаге, последнюю следует предварительно подготовить к работе. Для этого бумагу обрабатывают раствором тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ для удаления солей серебра с ее поверхности. Для приготовления раствора 100 г сухой соли тиосульфата растворяют в 500 мл воды, после чего погружают в него фотобумагу на 20...40 мин. По истечении срока последнюю тщательно промывают сначала простой, а затем дистиллированной водой и проверяют на чистоту (бумага, содержащая химическую примесь железа, для работы не пригодна). После просушивания фотобумага нарезается на полоски нужных размеров и хранится в эксикаторе.

Получение четких отпечатков обусловлено, прежде всего, правильным подбором концентрации азотной кислоты.

Первичные урановые минералы типа окислов, ториевых силикатов и органических соединений дают четкие отпечатки только при применении концентрированной азотной кислоты. При получении отпечатков окисленных разностей этих минералов в качестве растворителя можно использовать 50 % азотную кислоту.

Вторичные урановые минералы, относящиеся к группе гидратов окислов и урановых черней, дают наиболее четкие отпечатки при использовании 20...50 % азотной кислоты.

Вторичные урановые минералы типа карбонатов, сульфат-карбонатов, силикатов, фосфатов, арсенатов, ванадатов и сульфатов дают наиболее четкие отпечатки при применении 10...20 % азотной кислоты.

Минералы, не реагирующие с азотной кислотой (титанаты, титанотанталониобаты, танталониобаты и цирконосиликаты), отпечатков не дают.

Содержание и оформление отчета

Отчет о лабораторной работе выполняется в печатном виде (приложение 1) на листах белой бумаги формата А4. Объем текста – 3...5 с. Работа должна состоять из следующих разделов.

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Методика и порядок выполнения лабораторной работы.
4. Выводы по результатам выполнения работы.
5. Список используемой литературы.

Список рекомендуемой литературы

1. Галюк В.А. Руководство к лабораторным занятиям по курсу «Минералогия и геохимия радиоактивных элементов». – М.: Высшая школа, 1964. – 138 с.
2. Юшко С.А. Методы лабораторного исследования руд: учебное пособие для вузов. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Недра, 1984. – 389 с.

Лабораторная работа № 4

ДИАГНОСТИКА МИНЕРАЛОВ УРАНА И ТОРИЯ С ПОМОЩЬЮ МИКРОХИМИЧЕСКИХ РЕАКЦИЙ

Качественный микрохимический метод определения минералов урана и тория удобен для применения, как в лаборатории, так и в полевых условиях. Он характеризуется быстротой выполнения реакций, возможностью работать с минимальными количествами реактивов и исследуемых веществ и простотой оборудования. Реакции, используемые в методе, в большинстве случаев связаны с появлением окраски и выполняются на фильтровальной бумаге, в фарфоровых тиглях или на предметных стеклах.

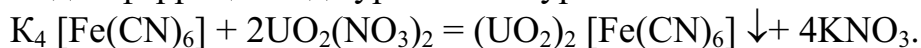
Целью данной лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования радиоактивных руд и минералов» и овладение практическими навыками диагностики урановых и ториевых минералов при помощи простейших микрохимических реакций.

Порядок выполнения работы

При проведении качественных химических реакций, прежде всего, минерал приводят в растворимое состояние (в качестве растворителя используются кислоты различной концентрации и вода).

Микрохимическое определение урана в минералах и горных породах

1. Реакция с ферроцианидом калия (желтой кровяной солью). Взаимодействие пробы с реагентом основано на получении красновато-бурого осадка ферроцианида уранила по уравнению



Полученный осадок легко растворим в разбавленной соляной или уксусной кислоте, а также в карбонате аммония (в отличие от ионов двухвалентной меди). При действии КОН или NH₄ОН красновато-бурый цвет осадка переходит в желтый вследствие образования диуратов калия или аммония.

2. Обнаружение урана с помощью реактивов арсеназо (уранон). Арсеназо 1 (2-фениларсоновая кислота-(1-азо-2)-1,8-диоксифталин-3,6-дисульфокислота) представляет собой темно-коричневый кристаллический порошок, легко растворяющийся в воде, окрашивающий ее в красновато-розовый цвет.

Окраска не меняется при подкислении раствора и переходит в малиновую при подщелачивании. Ион уранила образует с арсеназо окрашенный комплекс, имеющий в очень слабокислой среде, при рН от 4,5 до 4,8, синюю или голубую окраску. Четырехвалентный уран дает с арсеназо в кислой среде (рН ~ 1,0) сине-фиолетовую окраску. Равновесие в системе уран – арсеназо устанавливается очень быстро (через 3...5 мин после смешения растворов) и остается без изменения в течение длительного времени (недели).

Обнаружение шестивалентного урана. В чистых растворах и в присутствии элементов, не реагирующих с арсеназо (К, Na, Ca, Sr, Ba, Mg, Mn), реакцию выполняют следующим образом: к 1 мл слабокислого или нейтрального раствора прибавляют каплю 10 % HCl и 1...2 капли 0,02...0,05 % водного раствора арсеназо. Розовая окраска раствора указывает на отсутствие U⁴⁺, Th, Zr, Ti и Fe³⁺. Далее прибавляют 3...4 капли 25 % буферного раствора уротропина, создающего необходимую концентрацию водородных ионов в растворе. Присутствие шестивалентного урана определяется по появлению чисто-голубой или фиолетовой (при избытке реагента арсеназо) окраски, которая после прибавления капли перекиси водорода моментально переходит в исходную розовую. Голубая окраска, возникающая при недостатке реагента, характерна только для шестивалентного урана; ни один другой элемент синей или голубой окраски не образует. Фиолетовая окраска, возникающая при взаимодействии элементов с арсеназо от прибавления перекиси водорода, моментально не изменяется.

Обнаружение четырехвалентного урана в присутствии TR, V, Al, Fe, Be и других элементов. Прибавляя HCl или CH₃COONa, создают в анализируемом растворе кислотность 0,02...0,05 н., которую оценивают по ок-

раске метилвиолетовой бумажки (приготавливают, пропитывая фильтровальную бумагу разбавленным раствором обычных химических фиолетовых чернил, смачивая для сравнения бумажку 0,02 и 0,05 н. (0,07...0,18 %) HCl. К 1 мл приготовленного таким образом раствора прибавляют каплю 0,02...0,05 % раствора арсеназо. Появление фиолетовой окраски, немедленно переходящей в розовую после прибавления капли H₂O₂, указывает на присутствие U⁴⁺. Чувствительность метода 1...2 мкг U⁴⁺ в 1 мл раствора.

3. Определение урана при помощи 8-оксихинолина (оксина). Метод основан на образовании в нейтральной или щелочной среде красно-бурого соединения урана с 8-оксихинолином. Навеску тонкоизмельченного минерала в 1 г (а при малых содержаниях урана в 5 г) растворяют в фарфоровом тигле в 10 мл концентрированной соляной кислотой при нагревании. После охлаждения прибавляют 20 мл раствора карбоната аммония (к 20 г (NH₄)₂CO₃ прибавляют 100 мл крепкого аммиака и 100 мл воды). Нерастворимый осадок, вместе с образовавшимся от карбоната аммония осадком, отфильтровывают. Каплю 5 % спиртового раствора оксида помещают на фильтровальную бумагу и прибавляют каплю полученного испытуемого раствора. Появление красно-бурого пятна указывает на присутствие урана. Чувствительность метода – 10 мкг урана в одной капле.

4. Определение урана (U⁶⁺) при помощи флуоресцеина. Две капли испытуемого, почти нейтрального раствора, содержащего шестивалентный уран, прибавляют к 2 мл 0,04 % раствора флуоресцеина и смешивают с 3 мл хлороформа. Через непродолжительное время на границе раздела появляется светло-красная окраска. Предел чувствительности – 2,4 мкг (UO₂)²⁺ в 1 мл раствора.

В другом варианте каплю испытуемого раствора смешивают на стеклянной пластинке с 1-й каплей 0,12 % раствора флуоресцеина и 3-я каплями 5 % раствора хлористого аммония. В течение 30 мин развивается отчетливая красная окраска.

5. Определение урана (U⁶⁺) действием салицилата натрия C₆H₄ONCOONa. Сильно разбавленные нейтральные растворы солей уранила при действии салицилата натрия принимают красно-оранжевую окраску. К испытуемому раствору прибавляют 10 % раствор ацетата натрия и насыщенный раствор салицилата натрия. Реакции мешают свободные минеральные кислоты, а также ионы Fe³⁺, Ti⁴⁺, F⁻, PO₃⁴⁻. Окраска, вызываемая ионами салицилата, зависит от концентрации водородных ионов. Прибавлением различных количеств ацетата и салицилата натрия указанных концентраций, устанавливают (по индикаторной бумажке) значение pH ≈ 7,5. Эта концентрация водородных ионов соответствует максимальному развитию окраски с солями уранила.

6. Реакция с ализарином S. Полоску фильтровальной бумаги пропитывают 0,5%-м раствором ализарина S, высушивают, а затем помещают на нее при помощи пипетки каплю нейтрального или слабокислого испытуемого раствора. Получившееся на бумаге влажное пятно держат в продолжении 1 мин над горлышком склянки с концентрированным аммиаком, а затем кладут на стеклянную пластинку, на которой помещена капля 80 % уксусной кислоты. Через несколько минут происходит нейтрализация аммиака парами уксусной кислоты и фиолетовое окрашивание ализарина исчезает, в то время как фиолетовое пятно соединения уранилализарина сохраняется.

Микрохимическое определение тория в минералах и горных породах

1. Определение тория при помощи реактива торон. Торон растворяется в воде и разбавленных кислотах, окрашивая раствор в оранжевый цвет. Разбавленные растворы имеют почти желтый цвет. В присутствии тория образуется малиново-красный осадок или, в разбавленных растворах, розовое окрашивание. В соляно- или азотнокислых растворах эту цветную реакцию дает только один торий.

2. Определение тория с ализарином S (ализаринсульфонатом натрия). Желтый раствор ализарина S образует с нейтральным или слабоуксуснокислым раствором тория красно-фиолетовое окрашивание или осадок такого же цвета. Комплексные соединения с ализарином образуют: уран, цирконий, титан, железо. Они должны быть отделены путем осаждения тория и редких земель щавелевой кислотой. После восстановления перекисью водорода марганца до двухвалентного состояния жидкость в тигле упаривают досуха, обрабатывают 5 каплями воды и снова упаривают для удаления всей соляной кислоты. Остаток растворяют в 1...2 каплях щавелевой кислоты, смесь немного нагревают, добавляют 5 капель воды, перемешивают, вводят 1...2 капли 1%-го водного раствора ализарина S и вновь перемешивают. При наличии тория появляется красно-фиолетовое окрашивание. Реакцию рекомендуется проводить на фарфоровой пластинке. В навеске минерала около 20 мг можно обнаружить до 1 % тория.

Содержание и оформление отчета

Отчет о лабораторной работе выполняется в печатном виде (приложение 1) на листах белой бумаги формата А4. Объем текста – 3...5 с. Работа должна иметь следующие разделы.

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Методические основы выполнения лабораторной работы.
4. Порядок выполнения работы.
5. Выводы по результатам выполнения работы.
6. Список используемой литературы.

Список рекомендуемой литературы

1. Алимарин И.П., Фрид Б.И. Количественный микрохимический анализ минералов и руд: практическое руководство. – М.: Госхимиздат, 1961. – 399 с.
2. Галюк В.А. Руководство к лабораторным занятиям по курсу «Минералогия и геохимия радиоактивных элементов». – М.: Высшая школа, 1964. – 138 с.
3. Соболева М.В., Пудовкина И.А. Минералы урана. – М.: Госгеолтехиздат, 1957. – 408 с.

Лабораторная работа № 5

АНАЛИЗ ШЛИХОВ КОМПЛЕКСОМ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ

Целью настоящей лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования радиоактивных руд и минералов». Для выполнения лабораторной работы студенты получают шлик с конкретного природного объекта и определяют состав шлика, используя известные им методы исследования. Итогом выполненной работы является полная характеристика шлихообразующих составляющих с определением химического состава.

Схема исследования шлика

Предлагается исследовать шлик согласно общей схеме анализа шлика (рис. 1). В зависимости от характера материала (шлик или рудные концентраты) и целей анализа эта схема может немного измениться, добавляются другие этапы: отмучивание, отмывка на легкую и тяжелую фракции.

Диагностика минералов

Диагностика минералов шлихов возможна оптическим методом. Аппаратура для диагностики минералов по внешним признакам – бинокулярные стереоскопические микроскопы марки МБС. Используя диагностические признаки минералов (габитус кристаллов, окраску, цвет черты, блеск, твердость, спайность, характер излома, прозрачность), описывая форму и размеры зерен, характер поверхности, степень окатанности, пленку вторичных образований, определяют минеральный состав. При изучении минералов необходимо делать зарисовки или фотографии отобранных монофракций минеральных агрегатов и отдельных минералов.

Характеристика шлихообразующих минералов

Магнитные минералы:

- а) сильной магнитности: магнетит, титаномагнетит, пирротин, поликсен;

- б) минералы средней магнитности: амфиболы, везувиан, гранаты, оливины, пироксены, слюды, ставролит, сфен, хлориты, эпидот, шпинель, браннерит, вольфрамит, гельвин, ильменит, касситерит, кнопит, колумбит, ксенотим, монацит, ортит, перовскит, пирохлор, поликраз, плеонаст, самарскит, сфалерит (марматит), танталит, торианит, торит, уранинит, фергюссонит, хлопинит, хромиты, эвксенит, эшинит.
 Вторичные минералы: гематит, лимонит, пиролюзит, псиломелан;

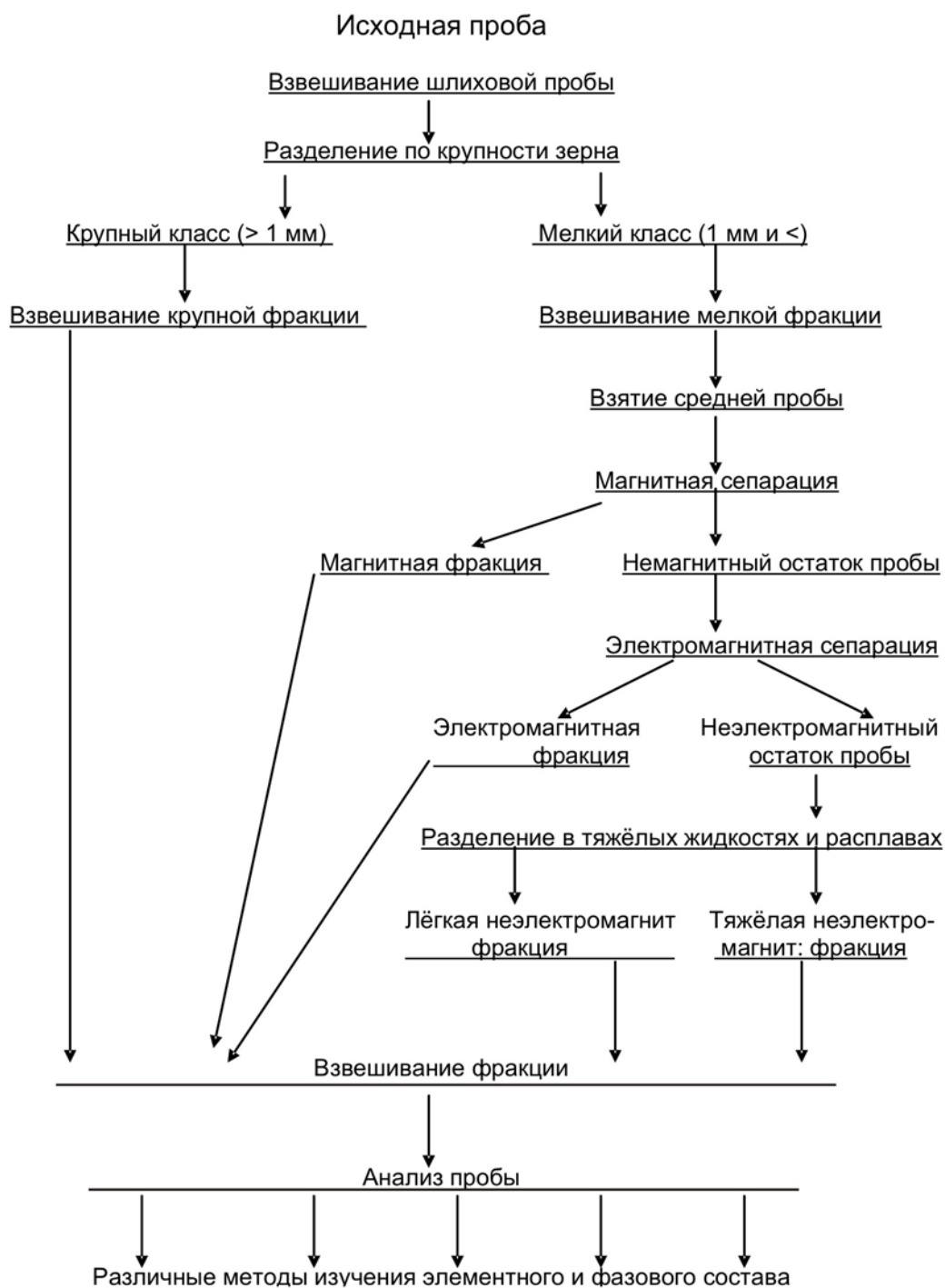


Рис. 1. Схема исследования шлиховой пробы

в) минералы слабой магнитности: амфиболы, андалузит, волластонит, диаспор, кианит, кордиерит, корунд, оливины (фаилит), пироксены (диопсид), силлиманит, ставролит, хиастолит, хлориты (пеннин), эпидоты, аксинит, анатаз, апатит, брукит, рутил, сфен, циркон, шпинель, алмаз, вольфрамит (гюбнерит), золото, касситерит, ксенотим, монацит, ортит, платина, петцит, приорит, серебро, сперрилит, сульфиды (антимонит, арсенопирит, висмутин, галенит, киноварь, кобальтин, марказит, молибденит, пирит, сфалерит, халькозин, халькопирит), шеелит, электрум, барит, сидерит, сподумен, топаз, турмалин (ахроит, дравит, рубеллит), фенакит, флюорит, хризоберилл. Вторичные минералы – азурит, англезит, бадделеит, ванадинит, вульфенит, лейкоксен, малахит, ковеллин, скородит, смитсонит, церрусит.

Немагнитные легкие минералы: берилл, графит, кальцит, кварц, мусковит, опал, полевые шпаты, халцедон, янтарь, яшма.

Перечисленные минералы возможно просмотреть в коллекции минералов шлихов и в атласе минералов россыпей.

Итогом выполненной работы является полная характеристика шлихообразующих минералов с определением химического состава и использованием других методов, рассматриваемых в следующих лабораторных работах.

Содержание и оформление отчета

Отчет о лабораторной работе выполняется в печатном виде (приложение 1) на листах белой бумаги формата А4. Объем текста – 5...7 с. Работа должна содержать:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Схема предполагаемых исследований.
4. Методика шлихового анализа.
5. Определение минерального и химического состава.
6. Выводы.
7. Список используемой литературы.

Список рекомендуемой литературы

1. Костерин А.В. Шлихо-минералогический и шлихо-геохимический методы поисков рудных месторождений. – Новосибирск: Наука, 1972. – С. 5–10.
2. Захарова Е.М. Шлиховой метод поисков полезных ископаемых. – М.: Недра, 1989. – 160 с.
3. Юшко С.А. Методы лабораторного исследования руд: учебное пособие для вузов. – М.: Недра, 1984. – 389 с.

Лабораторная работа № 6

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ВЕЩЕСТВА ЛОКАЛЬНЫМ СПЕКТРАЛЬНЫМ АНАЛИЗОМ С ЛАЗЕРНЫМ ОТБОРОМ ПРОБЫ

Эмиссионный спектральный анализ наиболее широко применяется для определения содержания элементов по характеристическому линейчатому спектру испускания (эмиссии) свободных, нейтральных или ионизированных атомов химического элемента в оптическом диапазоне электромагнитных волн в самых разнообразных природных и искусственных материалах. Целью предлагаемой лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования радиоактивных руд и минералов» при изучении темы «Эмиссионно-спектральный анализ (ЭСА)». Конечным итогом данной лабораторной работы будет определение элементного состава шлиховых проб, отобранных в предыдущей работе.

Лабораторная работа состоит из пяти этапов.

1 этап. Знакомство с установкой ЛМА-10 и МАЭС

На первом этапе дается краткая характеристика локального спектрального анализа как одного из прогрессивных методов исследования. Рассматриваются условия проведения анализа, проводится знакомство с прибором ЛМА-10 и фотоэлектрической регистрацией с помощью специализированной приставки к спектрографу (типа МАЭС). Полное наименование – «Анализатор Многоканальный Атомно-эмиссионных спектров МАЭС». Он предназначен для измерения интенсивности спектральных линий и последующего вычисления концентраций атомов в анализируемых пробах.

2 этап. Подготовка образцов к исследованиям

Имеется множество способов подготовки образцов для лазерного спектрального анализа, представленных в специальной литературе. Особенности подготовки определяются геометрией и физическими свойствами образцов. Во всех случаях исследуемая поверхность образца должно удовлетворять следующим условиям: размер плоского исследуемого участка, без следов микрочастиц посторонних веществ, должен быть более 30 мкм (в особых случаях при соответствующих режимах работы лазера и микроскопа возможна диагностика образцов с размерами плоского участка до 5 мкм) с неровностями менее 0,35 мкм; плоскость исследуемого участка должна быть параллельна нижней плоскости массивного основания, к которому крепится образец. Геометрические размеры твердых образцов определяют методику их подготовки и фиксации на массивном основании. После приготовления образцы необходимо сфотографировать.

3 этап. Работа на установке ЛМА-10 с целью получения спектров исследуемого вещества

Этап подготовки ЛМА-10 к работе и проведение измерений обеспечивается специально обученными в области оптики и спектроскопии сотрудниками. Исследование атомного состава образцов (руд) опирается на нахождение в спектрограмме (в спектре) ограниченного количества удобных для наблюдения (регистрации) главных аналитических линий, число которых для каждого элемента не превышает 5.

При определении малого содержания элементов, из спектра выбирают наиболее чувствительные главные линии, т. е. те, которые с уменьшением концентрации элемента, дающего эти линии, исчезают в последнюю очередь. К таковым относятся линии, образующиеся при малых потенциалах возбуждения и излучающиеся преимущественно нейтральными атомами, реже – однократно ионизованными атомами. С увеличением концентрации исследуемого элемента может происходить самообращение спектральной линии.

В некоторых случаях, когда линии спектра излучения не попадают в рабочую область спектра или не могут быть использованы из-за наложения молекулярного спектра за счет перекрытия с линиями других элементов, используются менее чувствительные линии, для которых отсутствует перекрытие с линиями других элементов.

Традиционно в качестве эталона длины волны используется спектр железа, который фотографируют рядом со спектром исследуемого образца. Длины волн линий железа тщательно идентифицированы и занесены в атлас, прилагаемый к спектрографу. При использовании МАЭС в процедуре «Профилирование» применяются эталонные излучатели – лампы полого катода соответствующих элементов и т. п.

С помощью МАЭС осуществляется преобразование световых сигналов оптического спектра в электрический сигнал и далее в цифровую форму, передачу их в компьютер для проведения анализа спектров и подготовки данных для целевой обработки. Конечным итогом проведенного этапа является полученный спектр (рис. 2).

Для ознакомления с работой прибора смотрите соответствующую документацию.

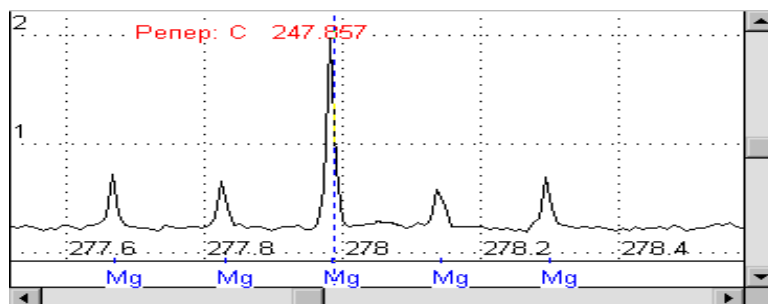


Рис. 2. Вид получаемого спектра

4 этап. Расшифровка полученных спектров в программном продукте АТОМ

Основная работа, в том числе по расшифровке полученного спектра проводится в программном продукте АТОМ. Программный продукт АТОМ установлен на жестком диске компьютера в соответствующем каталоге *C:\atom*, работает в ОС Windows 95 и настроен на установленный тип МАЭС. Он содержит основные файлы: *atom.exe*, *atom.mnd*, *atombmp.dll*, *masicall.dll*, *masi3.386*, *masi4.386*, *atom.wl*, *atom.ini*.

Основные режимы работы программы:

Профилирование – установление соответствия между номером фотодиода и длиной волны оптического излучения.

Качественный анализ – оценка предполагаемого атомного состава исследуемой пробы по измеренному спектру.

Количественный анализ – количественное определение элементного состава пробы по измеренному спектру с использованием спектров – образцов сравнения (эталонов с заданными концентрациями искоемых элементов).

Все остальные режимы работы вспомогательные, дополняющие основные режимы.

Подробное описание программы АТОМ (и практическая работа с ним) дано в руководстве ПО «АТОМ» за 2003 г. [16].

5 этап. Анализ полученных результатов и оформление отчета

На пятом этапе дается химический анализ вещества по данным спектрального микроанализа с лазерным отбором пробы: проводится диагностика вещества с указанием химической формулы, и примесей. Оформляется отчет.

Содержание и оформление отчета

Отчет о лабораторной работе выполняется в печатном виде (приложение 1) на листах белой бумаги формата А4. Объем текста – 5...7 с. Работа должна содержать следующее:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Методические основы метода и устройство прибора ЛМА-10.
4. Описание подготовки образцов к исследованиям.
5. Ход эксперимента с химической характеристикой пробы, который представлен в виде спектров и таблиц.
6. Выводы с рекомендациями об области применения исследованного вещества.
7. Список используемой литературы.

Список рекомендуемой литературы

1. Арнаутов Н.В., Глухова Н.М., Яковлева Н.А. Приближенный количественный спектральный анализ природных объектов: таблицы появления и усиления спектральных линий. – Новосибирск: Наука, 1987. – 104 с.
2. Лазерный спектральный микроанализ: методическое руководство по работе на ЛМА-10 с использованием МАЭС. – Томск: Изд-во ТПУ, 2003. – 52 с.
3. Язиков Е.Г., Рябцева Н.А. Лазерный спектральный микроанализ (ЛМА-10): методические указания. – Томск: изд. ТПИ, 1990. – 25 с.

Лабораторная работа № 7

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИНЕРАЛЬНОГО СОСТАВА РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫМ АНАЛИЗОМ

Методы рентгеноструктурного анализа широко используются для исследования атомной структуры вещества. Современная диагностика органических, неорганических веществ и минеральных образований невозможна без применения рентгеноструктурного анализа. Целью предлагаемой лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования радиоактивных руд и минералов» при изучении темы «Рентгеноструктурный анализ (РСА)». Студентам предлагается самостоятельно подготовить пробу из конкретного природного объекта и под руководством преподавателя исследовать ее минеральный состав рентгеноструктурным анализом.

Лабораторная работа выполняется в пять этапов.

1 этап. Знакомство с установкой ДРОН-3М

ДРОН-3М – установка, на которой проводится диагностика структуры вещества с помощью рентгеновских лучей. Чаще всего этот вид анализа применяется для исследования твердых веществ, обладающих кристаллической структурой, где роль строительных единиц выполняют атомы, ионы, молекулы, комплексы и т. д. Основная закономерность – повторяемость с определенным периодом в трех направлениях (реже в двух) элементарной ячейки, отражающей суть кристаллической структуры каждого вещества, его симметрию и элементный состав.

ДРОН-3М относится к дифрактометрам с фотоэлектрической регистрацией рентгенограмм. Управление полуавтоматическое. Начальную установку параметров работы рентгеновской трубки, начальный угол регистрации дифрактограммы, скорость вращения двигателя гониометра и открывание шторки рентгеновской трубки производится вручную. Пуск двигателя гониометра, регистрация дифрактограммы и остановка двигателя гониометра производится программой **Dron.exe**.

2 этап. Подготовка образцов к исследованиям

Материал (образец) измельчается в ступке до состояния пудры, которая протирается спиртом (ацетоном) до и после истирания. Истолченным образцом заполняется кювета из кварцевого стекла, которая предварительно смазывается вазелином и шлифовывается. Подготовленная проба устанавливается в соответствующую гониометрическую приставку.

3 этап. Работа на установке ДРОН-3М и получение дифрактограмм исследуемого вещества

Самостоятельная работа на ДРОН-3М без преподавателя или ответственного лица запрещена!

Перед включением прибора необходимо проверить исходное состояние всех переключателей в соответствии с технической документацией на ИРИС-0, КУД-1а и на ДРОН-3М, подать холодную воду для охлаждения рентгеновской трубки. Включают установку и в течение 1 ч прогревают ИРИС-0. Прогрев рентгеновской трубки проводится постепенным увеличением напряжения и силы тока с 10 кВ и 10 мА до 35 кВ и 25 мА.

Предполагается, что ДРОН-3М настроен для определенных исследований, т. е. выбраны величины основных параметров:

- сила тока и напряжение на рентгеновской трубке;
- рентгеновское излучение отъюстировано на оптимальный режим работы: установлены соответствующие щели, диафрагмы и фильтры;
- выбрана скорость движения детектора (в нашем случае 0,5 град/мин);
- данные передаются непосредственно на компьютер через соответствующий контроллер, при работе с которым руководствуются соответствующим описанием программы.

В любом случае, такая настройка должна обеспечить четкость положения пиков и амплитуду этих пиков в выбранном угловом диапазоне дифрактограммы.

Вращение датчика рекомендуется проводить с начального угла 9...10° до конечного угла 70°. Это обстоятельство обусловлено опытом работы. При необходимости диапазон углов может быть расширен до 360°.

4 этап. Расшифровка полученных дифрактограмм

Дифракция рентгеновского излучения на кристаллической решетке подчиняется закону Вульфа-Брегга:

$$2d \sin \theta = n\lambda, \quad (1)$$

где n – целое число;

d – межплоскостное расстояние;

λ – длина волны рентгеновского излучения;

θ – угол Вульфа-Брегга, под которым отраженные атомной плоскостью лучи имеют максимальную интенсивность.

Для расшифровки дифрактограмм определяют значения углов $2\theta_i$ в максимуме каждого i -пика. По формуле Вульфа-Брегга (1) определяют межплоскостные расстояния d_i , предполагая, что $n = 1$ (ибо невозможно сразу определить порядок отражения).

Рассмотрим конкретный пример.

Оценка межплоскостных расстояний

1) Пусть даны пики с максимумами от $\theta_1 = 29^\circ$ до $\theta_2 = 40^\circ$ по справочнику И. Недомы [21] в колонке 2θ находим соответствующие значения, при этом необходимы сведения об используемой трубке (например, медная трубка), т. е. смотрим в колонке d_{Cu} [6, 21]:

$$2\theta = 29,5; d_{Cu} = 3,028 \ 108 \ 105;$$

$$2\theta = 31,50; d_{Cu} = 2,84 \ 112 \ 106;$$

$$2\theta = 36,22; d_{Cu} = 2,48 \ 124 \ 109;$$

$$2\theta = 39,52; d_{Cu} = 2,28 \ 130 \ 110.$$

2) Возможно использование специально подготовленного Excel-файла *Cu-d заготовка*, в котором, по определенным из экспериментального графика значений $2\theta_i$ автоматически вычисляются соответствующие значения d_i (это альтернатива линейке ВИМСа или примера 1).

Определение качественного состава

Качественный состав определяют с использованием соответствующих справочников В.Н. Михеева [20, 38].

Оцениваем (приблизительно) интенсивность (I) всех пиков, принимая наибольший из пиков за 100 %.

По двум параметрам d_i и I_i определяем качественный состав исследуемого образца.

При использовании справочника В.Н. Михеева [20] ищем номер карточки данного минерала. Пусть $d = 3,029$. Тогда на с. 156 находим таблицу:

I/n	I	I/n	I	I/n	I	I/n	I	I/n	I	Название минерала	№
3,029	10	1,0444	10	1,869	9	1,912	8	2,088	7	Кальцит CaCO ₃	424

Сравниваем строчки главных табличных интенсивностей и межплоскостных расстояний с определенными значениями. Нас устраивают значения кальцита, которые находятся в 424 карточке на 488 с. этого определителя.

Принцип поиска неизвестного минерала по картотеке [38] аналогичен.

Американская картотека – наиболее полный рентгенометрический справочник. Принцип формирования картотеки – хронологический. Первый сет – 1943 г. – 1300 шт. и т. д.

Наименование	Количество карточек
Полная картотека	35534
Неорганические соединения	24971
Органические соединения	10721
Металлы и сплавы	5700
Минералы	3039
Наиболее распространенные соединения	2378
Порошок (по дифрактограммным данным национального бюро стандартов США)	947

Карточки помечены символами x , i , o , которые обозначают степень достоверности данных:

x – максимальная;

i – средняя;

o – низкая.

При расшифровке дифрактограмм допускаются колебания межплоскостных расстояний d на $0,1 \dots 0,2$ единицы.

На распечатанной дифрактограмме (по программе Excel) предлагается окрашивать пики различных минералов в разные цвета с целью удобства при поиске. При получении данных в виде распечатки, форма отчетности о проделанной работе представляется в виде расшифрованной цветной дифрактограммы. Один экземпляр передается в архив лаборатории кафедры, другой вкладывается в соответствующий отчет.

5 этап. Анализ полученных результатов и оформление отчета

На последнем этапе проводится анализ минерального состава образца, определенного с помощью рентгеноструктурного анализа, и делаются выводы.

Содержание и оформление отчета

Отчет о лабораторной работе выполняется в печатном виде (приложение 1) на листах белой бумаги формата А4. Объем текста – $5 \dots 7$ с. Работа должна содержать:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Методика выполнения работ и устройство дифрактометра ДРОН-3М.
4. Подготовка образцов к исследованиям.
5. Ход эксперимента с получением дифрактограммы и таблиц.

6. Выводы с рекомендациями об областях применения минерального сырья.
7. Список используемой литературы.

Список рекомендуемой литературы

1. Гиллер Я.Л. Таблицы межплоскостных расстояний: в 2 т. – М: Недра, 1966. – Т. 2. – 360 с.
2. Михеев В.Н. Рентгенометрический определитель минералов. – М.: Гос. научн.-техн. изд-во, 1957. – 34 с.
3. Недома И. Расшифровка рентгенограмм порошков. – М.: Metallurgia, 1975. – 56 с.
4. Powder Diffraction File. ISPDS, International Centre for Diffraction Data. (ASTM). – (картотека Американского общества испытателей материалов ASTM). Наиболее полный рентгенометрический справочник.

Лабораторная работа № 8

ЛЮМИНЕСЦЕНТНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МИНЕРАЛОВ

Люминесценцией называют неравновесное излучение, избыточное по отношению к тепловому излучению тела, продолжающееся после возбуждения в течение времени, значительно превышающего период световых колебаний ($\tau \sim 10^{-10}$). Целью предлагаемой лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования радиоактивных руд и минералов» и знакомство на практике с методами люминесцентного анализа.

Лабораторная работа состоит из двух этапов.

1 этап. Знакомство с методами люминесцентного анализа

В зависимости от способа возбуждения выделяется несколько видов люминесценции, различающихся также характером протекающих в минерале физических процессов:

фотолюминесценция – возбуждение производится электромагнитным излучением оптических частот;

катодолюминесценция – возбуждение осуществляется за счет энергии падающих электронов;

радиолюминесценция – возбуждение возникает под действием различных видов радиоактивного излучения;

хемилюминесценция – возбуждение возникает за счет энергии химических реакций;

термолюминесценция – свечение, возникающее при нагревании;

триболюминесценция – свечение, возникающее при трении.

Разные виды люминесценции требуют для своего изучения применение различной аппаратуры, что позволяет получить разные данные о составе и структуре минерального вещества.

Наиболее широко распространены фото- и термолюминесценция из-за относительной простоты интерпретации получаемых данных и их применения для решения практических задач, не требующих сложной и дорогостоящей аппаратуры.

Для исследования люминесцентных свойств радиоактивных минералов, в частности, минералов урана, в основном, используют метод фотолюминесценции. Фотолюминесцентные свойства урановых минералов хорошо изучены в длинных волнах с $\lambda \sim 300 \dots 400$ мк. Короткие ультрафиолетовые лучи возбуждают еще более яркую фотолюминесценцию урановых минералов, затусовывая при этом оттенки спектра люминесценции.

2 этап. Исследование минералов методом фотолюминесценции

На втором этапе подробно рассматривается метод фотолюминесценции в ультрафиолетовых лучах. Для исследования берутся различные вторичные минералы урана, шеелит, органические вещества, денежные знаки, которые исследуются в пучке ультрафиолетового света, получаемого с помощью люминескопов ЛСП-101, ЛСП-103, Шеелит и др. Исследуются минералы с характерными цветами интерференции: шрекингерит, отенита, уранофан.

После просмотра минералов с характерным спектром люминесценции предлагается самостоятельно исследовать какой-либо образец. Сначала рекомендуется посмотреть люминесценцию при нормальных условиях, затем при 77 К (температура жидкого азота, °С) наблюдать криолюминесценцию. Для этого образец опускается в сосуд с жидким азотом, охлаждается и исследуется в ультрафиолетовых лучах. Охлаждение часто позволяет выявить минералы, при обычных условиях не люминесцирующие (ярко-желтое свечение касситерита, свечение тонковкрапленных гидроокислов и силикатов уранила, зеленое свечение данбурита, синее свечение датолита).

Классификация урановых минералов по фотолюминесцентным свойствам в длинных волнах производится согласно цвету спектра люминесценции (голубовато-зеленый, желтовато-зеленый, желтый и т. д.) и интенсивности люминесценции (очень сильная, сильная, умеренная, слабая, очень слабая, отсутствует). В каждой группе однотипно люминесцирующих минералов отдельные их виды расположены в порядке убывания интенсивности свечения.

При прекращении возбуждения люминесценции, у урановых люминесцирующих минералов исчезает послесвечение (фосфоресценция), но, в отличие от других люминесцирующих минералов, для них характерно наличие полос в желто-зеленой и голубой части спектра за исключением уранопилита и β -уранопилита, у которых наблюдается сплошной спектр люминесценции.

Содержание и оформление отчета

Отчет о лабораторной работе выполняется в печатном виде (приложение 1) на листах белой бумаги формата А4. Объем текста – 3...5 с. Работа должна содержать:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Методические основы люминесцентных методов.
4. Описание проводимых операций.
5. Выводы.
6. Список используемой литературы.

Список рекомендуемой литературы

1. Галюк В.А. Руководство к лабораторным занятиям по курсу «Минералогия и геохимия радиоактивных элементов». – М.: Высшая школа, 1964. – 138 с.
2. Горобец Б.С., Гафт М.Л., Подольский А.М. Люминесценция минералов и руд: учебное пособие. – М.: Недра, 1989. – 53 с.

Лабораторная работа № 9

ИЗУЧЕНИЯ ХАРАКТЕРА РАСПРЕДЕЛЕНИЯ И ФОРМ НАХОЖДЕНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ МЕТОДОМ МАКРОРАДИОГРАФИИ

Метод макрорадиографии основан на способности радиоактивных веществ оказывать влияние на эмульсионный слой фотографической пластинки, фото- или рентгеновской пленки. Целью лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования радиоактивных руд и минералов» и знакомство на практике с методом изучения характера распределения и форм выделения радиоактивных минералов в горных породах и рудах.

Порядок выполнения работы

Суть метода выражается в почернении после проявления тех участков негатива, которые контактировали с радиоактивным минералом. Для макрорадиографических исследований используются фотографические пластинки и некоторые сорта фотобумаги, выпускаемые промышленностью для обычной фотографии. Основным критерием, определяющим пригодность фотоматериалов для целей радиографии, являются высокая разрешающая способность эмульсий, их мелкозернистость и малая вуалирующая способность. Наиболее удачным материалом для получения радиографических снимков является рентген-безэкранный пленка, рентген-пленки Agfa, Codak и др.

Методика макрорадиографических исследований достаточно проста и заключается в следующем. В полной темноте лист рентгеновской пленки кладется на совершенно гладкую поверхность. На нее накладываются шлифы и пришлифовки так, чтобы их полированные стороны плотно прилегали к пленке. После того как все предназначенные для работы объекты уложены на лист рентгеновской пленки, необходимо отметить на ней номера шлифов и обвести их контур для последующего сопоставления радиографии и шлифов, с которых они получены. Лучше всего это сделать методом засвечивания: на расстоянии 0,5 м от стола, на котором лежит материал, на небольшое время включается слабый источник света. При этом вся поверхность пленки, не прикрытая плотно прилегающими полированными поверхностями шлифов, засвечивается, в результате чего контуры шлифов могут быть точно совмещены с радиографией.

После «засвечивания» пленку с наложенными шлифами убирают в светонепроницаемый ящик для экспозиции. Время экспозиции зависит от радиоактивности минералов. Оно колеблется от нескольких часов до нескольких суток. По истечении этого срока шлифы аккуратно снимают с пленки, которую затем (в полной темноте) проявляют и фиксируют обычным порядком.

Состав проявителя (растворять при 70 °С последовательно): метол – 1 г, сульфит безводный – 20 г, гидрохинон – 4 г, поташ – 19 г, бромистый калий – 1 г, вода – до 1 л. Проявлять 5...8 мин при температуре раствора 18...20 °С. Промыть. Фиксаж: гипосульфит 250 г на 1 л воды (10 мин). Тщательно промыть.

При макрорадиографии образцов с резко контрастным содержанием урана в их разных частях, возникают существенные трудности. Так, при значительных скоплениях урановых черней или смолки достаточна экспозиция в 2...3 ч, а для выявления радиоактивности общего фона требуется экспозиция в несколько суток. Подобрать в этих случаях какую-либо среднюю экспозицию практически невозможно. Приходится отдельно экспонировать различные части контрастных образцов.

При низком содержании урана (0,0 п %) радиографии можно получить с помощью усиливающих рентгеновских экранов, которые прокладываются между образцом и рентгеновской пленкой. Эти экраны представляют собой пленку из светосостава вольфрамата кальция (CaWO_4), издающего при воздействии α -лучей сине-фиолетовое свечение, которое дополнительно действует на светочувствительный слой рентгеновской пленки. Применение усиливающего экрана позволяет в 4...5 раз сократить время экспозиции или с прежней экспозицией получать радиографии образцов с более низким содержанием урана.

Если исследуемый материал рыхлый, в темноте его насыпают на эмульсионный слой фотопластинки или пленки; поверхность порошка выравнивают ножом или линейкой и оставляют так на определенное время. Затем пластинку освобождают от порошка и проявляют обычным способом.

Содержание и оформление отчета

Отчет о лабораторной работе выполняется в печатном виде (приложение 1) на листах белой бумаги формата А4. Объем текста – 3...5 с. Работа должна содержать:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Методические основы метода и ход эксперимента.
4. Анализ полученных результатов.
5. Выводы.
6. Список используемой литературы.

Список рекомендуемой литературы

1. Флеров Г.Н., Берзина И.Г. Радиография минералов, горных пород и руд. – М.: Атомиздат, 1979. – 224 с.
2. Юшко С.А. Методы лабораторного исследования руд: учебное пособие для вузов. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Недра, 1984. – 389 с.

Лабораторная работа № 10

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИРОДЫ РАДИОАКТИВНОСТИ МИНЕРАЛОВ ПО ИХ МИКРОРАДИОГРАФИЯМ

Метод микрорадиографий с помощью толстослойных пластинок с высокой чувствительностью к α -частицам позволяет: выявить количественную сторону радиоактивности путем подсчета α -треков на единицу площади в единицу времени излучения; установить источник и природу радиоактивного излучения на основе разницы между максимальными длинами пробега α -частиц для элементов ряда урана – актиния и тория. Целью лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученные в курсе «Методы исследования радиоактивных руд и минералов» и приобретение навыков работы с микрорадиографическим методом.

Порядок выполнения работы

Микрорадиографии аншлифов и непокрытых шлифов выполняются на специальных толстослойных пластинках (или пленках) с мелкозернистой эмульсией светочувствительного слоя. Они позволяют воспроизводить мельчайшие детали размещения рудного вещества. Толстослойные фотоматериалы бывают разных видов, чувствительные как к α -, так и к β -излучениям.

Для получения микрорадиографий используются обычные (толщиной 0,03 мм) непокрытые шлифы. Они размещаются на чувствительной к α -лучам толстослойной пластинке размером 9×12 . Для приготовления микрорадиографии используются специальные толстослойные пластинки типа А-2 с толщиной эмульсионного слоя в 50...60 мкм. Эмульсия этих пластинок чувствительна только для α -излучения (а также осколков деления). Работать с такими пластинками можно при фонаре, снабженном специальным матовым желто-зеленым светофильтром. Пластины нарезают алмазом (с неэмульсионной стороны) до формата шлифов. После этого на них накладывают прозрачные (со снятым покровным стеклом) или полированные шлифы так, чтобы эмульсионная поверхность плотно прилежала к поверхности шлифа. Если поверхность шлифа была загрязнена, ее нужно предварительно промыть бензином.

Далее на пластинке необходимо сделать пометки, по которым можно точно совместить ее со шлифом при работе с микрорадиографией; это достигается тщательным обведением контура шлифа острым предметом (иглой) или вышеописанным методом засвечивания для макрорадиографий. Предварительно (в светлом помещении) на края стеклянных пластинок шлифов черной тушью наносят знаки, по которым после их отпечатывания на радиографии эти точки будут точно совмещаться со шлифом.

Время экспозиции определяется содержанием радиоактивных элементов в минералах, а также назначением радиографии: проводится ли она для качественного или количественного исследования.

Для количественного изучения удобнее давать экспозицию такую, чтобы количество следов α -частиц (на площадь в 0,02 мм пластинки) было не более нескольких десятков, иначе подсчет их становится затруднительным. В зависимости от процентного содержания радиоактивного элемента в минерале экспозиция будет составлять: 45...70 % за 20 мин; 15...20 % за 1 ч; 5...10 % за 2 ч; 0,5...1 % за 5 ч. При дальнейшем уменьшении содержания урана, а также величины зерен радиоактивного минерала экспозицию нужно значительно увеличивать (до нескольких суток).

Для качественного изучения, когда значительные сгущения следов α -частиц создают большую четкость картины, выдержка увеличивается в 5...10 раз и более (по сравнению с предназначенными для количественного анализа) и составляет несколько суток. Так, для тысячных долей процента радиоактивного элемента в породе (в целом) экспозиция должна быть 10...20 сут. (чтобы не слипались пластинки, воздух должен быть сухим, а его температура должна равняться 10...12 °С). По истечении срока экспозиции фотопластинки осторожно отделяют от шлифа и подвергают проявлению, фиксированию и т. д.

Проявление производят в растворе, приготовленном путем последовательного растворения (на 100 см³ воды) амидола – 0,6 г, сульфата натрия (кристаллического) – 2,5 г, бромистого калия – 0,2 г. Продолжительность проявления при температуре (22 ± 1) °С – 25 мин. Промывка осуществляется в проточной воде в течение 3...5 мин.

В стоп-ванне в 1% растворе уксусной кислоты при температуре 5...7 °С пластинки выдерживают в течение 10...15 мин. В дистиллированной воде ватой снимают иногда появляющийся со стороны эмульсии черный налет.

Фиксирование проводят в растворе гипосульфита (40 г на 100 см³ воды) при температуре воды 5...7 °С в течение 90 мин. Промывают пластинки в проточной воде, а сушат при комнатной температуре. Все растворы приготавливают на дистиллированной воде и перед употреблением фильтруют.

Качественное изучение микрорадиографий лучше проводить при увеличении около 50–100 крат. Радиографию накладываемых на свободные края пластины, приклеивают к стеклянной подложке шлифа, с которого она получена. Склеенные шлиф и радиография помещаются под микроскоп. Метки, нанесенные на шлиф и перепечатанные на радиографию (с помощью засвечивания), помогут совместить их так, чтобы микрорадиография каждого зерна руды точно находилась над участком этого зерна в шлифе. Между шлифом и радиографией должен быть небольшой зазор, иначе радиография будет поцарапана.

Опуская или поднимая тубус микроскопа, мы наблюдаем участки шлифа (руды) и полученные с них радиографии. Густота следов-треков α-частиц над определенными минеральными зернами, распределение участков разного сгущения этих следов, формы и размеры участков, и т. д. видны под микроскопом (рис. 3). Эти характеристики описываются и фотографируются для занесения результатов в отчет.

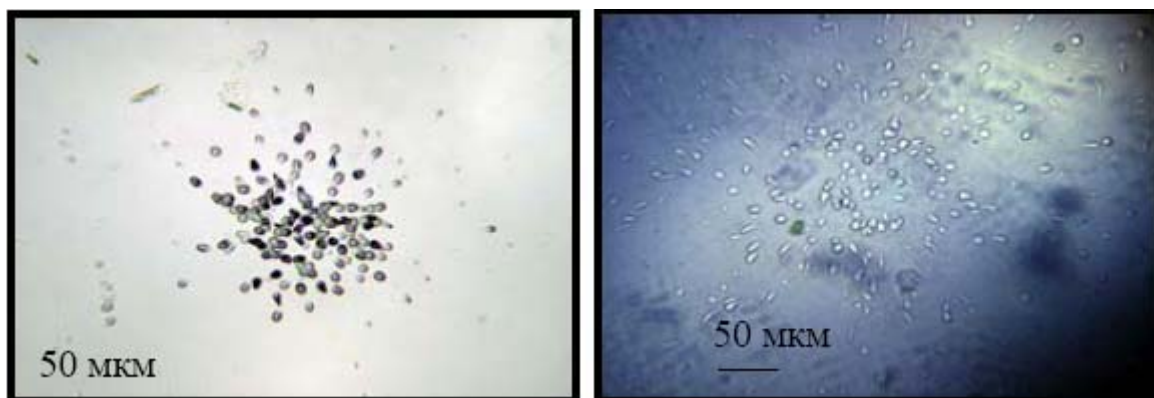


Рис. 3. Распределение альфа-треков

Содержание и оформление отчета

Отчет о лабораторной работе выполняется в печатном виде (приложение 1) на листах белой бумаги формата А4. Объем текста – 3...5 с. Работа должна содержать:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Методические основы метода и ход эксперимента.
4. Анализ полученных результатов.
5. Выводы.
6. Список используемой литературы.

Список рекомендуемой литературы

1. Флеров Г.Н., Берзина И.Г. Радиография минералов, горных пород и руд. – М.: Атомиздат, 1979. – 224 с.
2. Юшко С.А. Методы лабораторного исследования руд: учебное пособие для вузов. – 5-е изд., перераб. и. доп. – М.: Недра, 1984. – 389 с.

Лабораторная работа № 11

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРА РАСПРЕДЕЛЕНИЯ И СОДЕРЖАНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ В МИНЕРАЛАХ МЕТОДОМ ОСКОЛОЧНОЙ РАДИОГРАФИИ (f-РАДИОГРАФИИ)

Метод осколочной радиографии (f-радиография) основан на процессе деления ядер урана и тория под воздействием тепловых нейтронов в ядерном реакторе. Метод f-радиографии позволяет с высокой чувствительностью и точностью выявлять пространственное распределение урана и тория при одновременном определении локальных и общих концентрациях. Метод обладает повышенной чувствительностью (порог чувствительности порядка $n \cdot 10^{-10}$ г/г) и применяется как для качественных, так и для количественных определений радиоактивных элементов в образцах пород и минералов.

Целью предлагаемой лабораторной работы является закрепление теоретических знаний, полученных в курсе «Методы исследования радиоактивных руд и минералов», и освоение методики осколочной радиографии (f-радиографии).

Лабораторная работа состоит из следующих этапов.

1 этап. Знакомство с методикой f-радиографических исследований

На первом этапе студентам предлагается ознакомиться с методикой f-радиографии. При подготовке к f-радиографии шлифы должны быть очищены от пыли, промыты водой и высушены. Для количественного подсчета треков на шлиф наносится эталон и хорошо просушивается при комнатной температуре. Затем шлиф покрывается лавсановой пленкой. Пленка должна

быть плотно прижата к поверхности шлифа. Для этого она с двух сторон шлифа укрепляется с помощью клея или клейкой ленты. Подготовленные таким образом шлифы заворачиваются в алюминиевую фольгу и собираются в «конфету». При этом нужно помнить, что каждый шлиф должен быть отделен слоем фольги, а толщина «конфеты» не должна превышать 2,5 см. Затем «конфету» отправляют на ядерный реактор, где и происходит облучение тепловыми нейтронами. После некоторого промежутка времени (после спада наведенной активности) «конфета» возвращается с ядерного реактора.

Для того, чтобы увидеть следы осколков деления ^{235}U под воздействием тепловых нейтронов в оптическом микроскопе (треки), необходимо овладеть методикой травления лавсана. Студенты самостоятельно готовят раствор 40 % КОН, экспериментально определяют время травления (рекомендуемое начальное время травления – 10 мин).

2 этап. Подсчет количества треков у разных минералов и объектов исследования

На втором этапе исследования происходит подсчет количества треков у разных минералов (рис. 4). Полученные данные анализируются.

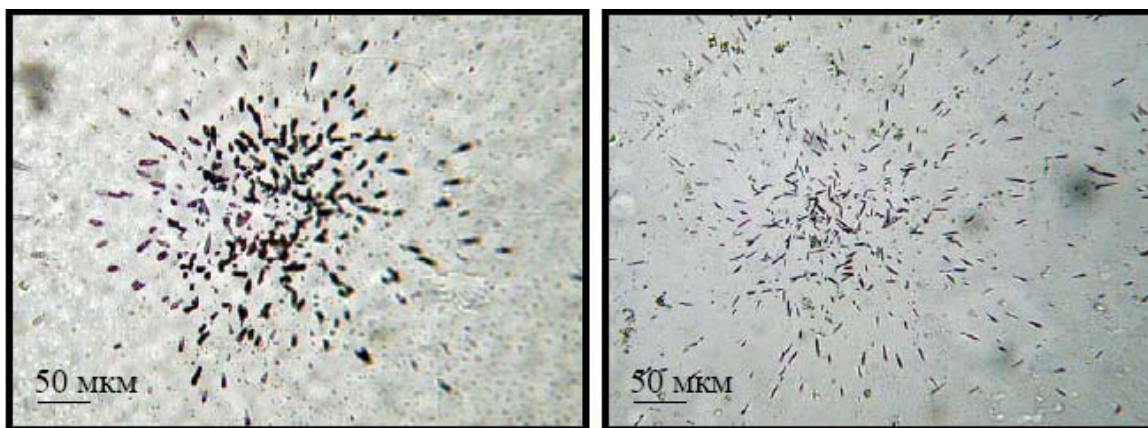


Рис. 4. Распределение урана. Лавсановый детектор

Расчет содержания элемента в минерале и породе по данным f-радиографии производится по формуле (2):

$$C_M = \frac{C_Э}{\rho_Э} \rho_M \cdot \frac{1}{K}, \quad (2)$$

где C_M и $C_Э$ – содержание элемента в минерале и эталоне;

$$C_Э = 7,23 \text{ г/т};$$

ρ_M и $\rho_Э$ – плотность треков над минералом и эталоном;

$\frac{1}{K}$ – коэффициент, учитывающий различную плотность минерала и эталона (табл. 4).

В связи с развитием науки и техники радиографические исследо-

вания подсчета треков можно выполнять при помощи систем автоматического обработки изображения – специального программного обеспечения в комплексе с высокоточными видеокамерами.

3 этап. Определение характера распределения элементов в минералах и предполагаемых форм нахождения

На данном этапе предлагается изучить пространственное распределение элементов в минералах. По произведенному подсчету количества треков в минералах одного состава и происхождения сделать соответствующие выводы. Характерные и заслуживающие особого внимания участки необходимо сфотографировать для внесения в отчет.

Таблица 4

Значение $\frac{1}{K}$ для разных минералов

№ п/п	Минерал	$\frac{1}{K}$	№ п/п	Минерал	$\frac{1}{K}$
1	Магнетит	1,61	9	Оливин	1,23
2	Эпидот	1,37	10	Кварц	1,12
3	Хлорит	1,26	11	Альбит	1,10
4	Доломит	1,25	12	Анортит	1,10
5	Пироксен	1,24	13	Калиевый полевой шпат	1,04
6	Актинолит	1,20	14	Лейкоксен	1,53
7	Мусковит	1,21	15	Циркон	1,50
8	Биотит	1,18	16	Биотит	1,49

Содержание и оформление отчета

Отчет о лабораторной работе выполняется в печатном виде (приложение 1) на листах белой бумаги формата А4. Объем текста – 3...5 с. Работа должна содержать:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Методические основы метода и ход эксперимента.
4. Подсчет количества треков.
5. Определение характера распределения элементов.
6. Выводы.
7. Список используемой литературы.

Список рекомендуемой литературы

1. Определение содержания урана в минералах и горных породах по следам от осколков деления. Инструкция НИСАМ. – М.: МИНГЕО, 1974. – 28 с.
2. Флеров Г.Н., Берзина И.Г. Радиография минералов, горных пород и руд. – М.: Атомиздат, 1979. – 224 с.

Лабораторная работа № 12

ДИАГНОСТИКА ВЕЩЕСТВА КОМПЛЕКСОМ МЕТОДОВ

Цель. предлагаемой лабораторной работы является закрепление всех теоретических знаний и практических навыков, которые были получены в курсе «Методы исследования радиоактивных руд и минералов» и демонстрация знания, как отдельных методов исследования, так и способности к их комплексированию. Работа является обобщающей, итоговой задачей и представляет собой самостоятельное научное исследование конкретного природного объекта. Конечным итогом работы является полная характеристика природного объекта с указанием химического, вещественного состава и возможной области его применения, с подробным теоретическим рассмотрением каждого применяемого метода.

Лабораторная работа выполняется в несколько этапов.

1 этап. Изучение общих характеристик объекта исследований и разработка схемы исследований

На основании имеющейся информации ставится задача исследований. Разрабатывается схема исследований, на основании которой выделяются этапы дальнейшего изучения вещества комплексом методов. Методы исследования выбираются исходя из теоретических знаний, и не ограничиваются лабораторной базой университета.

2 этап. Полная характеристика методов исследования

Выполняется теоретическая проработка всех используемых в исследованиях методов. Делается обоснование выбираемых методов исследования с краткой их характеристикой, указывается условия пробоподготовки, особенности методики и приборная база. Если выбранные методы не могут быть по какой-то причине использованы непосредственно студентом, в этом случае их характеристика и методика дается теоретически с учетом предполагаемых исследований.

3 этап. Выполнение исследований

На третьем этапе проводятся исследования всеми доступными запланированными методами. Приводятся результаты исследований, и дается полная характеристика вещества по данным анализов. Все выполняемые действия и эксперименты, необходимо документировать и по возможности фотографировать.

4 этап. Анализ полученной информации

На четвертом этапе проводится анализ всех полученных данных. Студентам предлагается дать свои рекомендации о возможной области применения вещества в настоящее время.

Содержание и оформление отчета

Отчет о лабораторной работе выполняется в печатном виде (приложение 1) на листах белой бумаги формата А4. Объем текста – 3...5 с. Работа должна содержать:

1. Титульный лист (приложение 2).
2. Цель работы.
3. Общая характеристика объекта исследований.
4. Схема исследований.
5. Характеристика методов исследования.
6. Описание исследований.
7. Анализ полученной информации.
8. Выводы и рекомендации.
9. Список используемой литературы.

Список рекомендуемой литературы

1. Исаенко М.П., Афанасьева Е.Л. Лабораторные методы исследования руд. – М.: Недра, 1992. – 240 с.
2. Методические основы исследования химического состава горных пород, руд и минералов / под ред. Г. В. Остроумова. – М.: Недра, 1979. – 400 с.
3. Соболева М.В., Пудовкина И.А. Минералы урана. – М.: Госгеолтехиздат, 1957. – 408 с.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Алимарин И.П., Фрид Б.И. Количественный микрохимический анализ минералов и руд: практическое руководство. – М.: Госхимиздат, 1961. – 399 с.
2. Арнаутов Н.В., Глухова Н.М., Яковлева Н.А. Приближенный количественный спектральный анализ природных объектов: таблицы появления и усиления спектральных линий. – Новосибирск: Наука, 1987. – 104 с.
3. Бокий Г.Б., Порай-Кошиц М.А. Рентгено-структурный анализ. – М.: МГУ, 1964. – Т. 1. – 489 с.
4. Галюк В.А. Руководство к лабораторным занятиям по курсу «Минералогия и геохимия радиоактивных элементов». – М.: Высшая школа, 1964. – 138 с.
5. Гецева Р.В., Савельева К.Т. Руководство по определению урановых минералов. – М.: Госгеолтехиздат, 1956. – 260 с.
6. Гиллер Я.Л. Таблицы межплоскостных расстояний: в 2 т. – М.: Недра, 1966. – Т. 2. – 360 с.
7. Гинзбург А.И., Кузьмин В.И., Сидоренко Г.А. Минералогические исследования в практике геологоразведочных работ. – М.: Недра, 1981. – 237 с.
8. Горобец Б.С., Гафт М.Л., Подольский А.М. Люминесценция минералов и руд: учебное пособие. – М.: Недра, 1989. – 53 с.
9. Дробышев А.И. Основы атомного спектрального анализа: учебное пособие. – СПб.: Изд-во СПбГУ, 1997. – 200 с.
10. Ефремова С.В., Стафеев К.Г. Петрохимические методы исследования горных пород: справочное пособие. – М.: Недра, 1985. – 511 с.
11. Жуковский А.Н. Высококчувствительный рентгенофлуоресцентный анализ с полупроводниковыми детекторами. – М.: Химия, 1991. – 159 с.
12. Исаенко М.П., Афанасьева Е.Л. Лабораторные методы исследования руд. – М.: Недра, 1992. – 240 с.
13. Катченков С.М. Спектральный анализ горных пород. – Л.: Недра, 1964. – 272 с.
14. Косолец Ю.Г., Ставров О.Д. Локальный спектральный анализ в геологии. – М.: Недра, 1983. – 103 с.
15. Крейг Дж., Воган Д. Рудная микроскопия и рудная петрография. – М.: Мир, 1983. – 423 с.
16. Лазерный спектральный микроанализ: методическое руководство по работе на ЛМА-10 с использованием МАЭС. – Томск: Изд-во ТПУ, 2003. – 52 с.

17. Лебедева С.И. Определение микротвердости минералов. – М.: Изд-во Академии наук СССР, 1963. – 123 с.
18. Методические основы исследования химического состава горных пород, руд и минералов / под ред. Г.В. Остроумова. – М.: Недра, 1979. – 400 с.
19. Методы минералогических исследований: справочник / под ред. А.И. Гинзбурга. – М.: Недра, 1985. – 480 с.
20. Михеев В.Н. Рентгенометрический определитель минералов. – М.: Гос. научн.-техн. изд-во, 1957. – 34 с.
21. Недома И. Расшифровка рентгенограмм порошков. – М.: Metallurgia, 1975. – 56 с.
22. Определение содержания урана в минералах и горных породах по следам от осколков деления. Инструкция НИСАМ. – М.: МИНГЕО, 1974. – 28 с.
23. Петрография и петрология магматических, метаморфических и метасоматических горных пород: учебник / М.А. Афанасьева, Н.Ю. Бардина, О.А. Богатикова. – М.: Логос, 2001. – 768 с.
24. Полуколичественное рентгенографическое определение минералов глин (слоистых силикатов). – М.: Ротапринт ВИМС, 1984. – 24 с.
25. Рихванов Л.П. Общие и региональные проблемы радиоэкологии. – Томск: Изд-во ТПУ, 1997. – 410 с.
26. Сарнаев С.И., Рихванов Л.П. Опыт по созданию эталона для определения урана методом f-радиографии // Радиографические методы исследования в радиогеохимии и смежных областях: тез. докл. III Всесоюзн. совещ. – Новосибирск, 1991. – С. 75–77.
27. Соболева М.В., Пудовкина И.А. Минералы урана. – М.: Госгеолтехиздат, 1957. – 408 с.
28. Справочник по радиометрии / под ред. А.И. Колосова. – М.: Госгеолтехиздат, 1957. – 198 с.
29. Текстуры и структуры урановых руд эндогенных месторождений / под ред. Р.П. Петрова. – М.: Атомиздат, 1977. – 280 с.
30. Фекличев В.Г. Диагностика минералов. Теория, методика, автоматизация. – М.: Наука, 1975. – 237 с.
31. Флейшер Р.Л., Прайс П.Б., Уокер Р.М. Треки заряженных частиц в твердых телах: принципы приложения: в 3 ч. / пер. с англ.; под общ. ред. Ю.А. Щуколюкова. – М.: Энергоиздат, 1981. – 152 с.
32. Флеров Г.Н., Берзина И.Г. Радиография минералов, горных пород и руд. – М.: Атомиздат, 1979. – 224 с.
33. Фролов В.В. Ядерно-физические методы контроля делящихся веществ. – М.: Энергоатомиздат, 1989. – 184 с.

34. Щуколюков Ю.А. Деление ядер урана в природе. – М.: Атомиздат, 1970. – 270 с.
35. Юшко С.А. Методы лабораторного исследования руд: учебное пособие для вузов. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Недра, 1984. – 389 с.
36. Язиков Е.Г., Рябцева Н.А. Лазерный спектральный микроанализ (ЛМА-10): методические указания. – Томск: Изд-во ТПИ, 1990. – 25 с.
37. Якубович А.Л., Зайцева Е.И., Пржиягловский С.М. Ядерно-физические методы анализа горных пород. – 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Энергоиздат, 1982. – 264 с.
38. Powder Diffraction File. ISPDS, International Centre for Diffraction Data. (ASTM). – (картотека Американского общества испытателей материалов ASTM). Наиболее полный рентгенометрический справочник.

Приложение 1

Общие требования к оформлению отчета о лабораторной работе

Отчет о лабораторной работе выполняется в печатном или электронном виде на листах белой бумаги формата А4 (210 × 297 мм). При оформлении отчета используется сквозная нумерация страниц, считая титульный лист первой страницей. Номер страницы на титульном листе не ставится, номера страницы располагаются внизу по центру.

Необходимо при оформлении отчета соблюдать следующие требования. Для заголовков: полужирный, 14 пт шрифт, центрированный. Для основного текста: нежирный, 14 пт шрифт, выравнивание по ширине. Во всех случаях тип шрифта – Times New Roman, абзацный отступ – 1 см, одинарный междустрочный интервал. Поля: левое – 3 см, остальные – 2 см. Рекомендуется для основного текста использовать расстановку переносов. Переносы в заголовках и точки в конце заголовков не допускаются.

Отчет сдается на бумажном носителе и в электронном виде. Рисунки из отчета сохраняются отдельными файлами и также сдаются в электронном виде. Рекомендуемые форматы файлов рисунков: векторных – CDR, растровых – JPEG, TIFF. Все файлы сохраняются в папку, указанную ведущим преподавателем. Названия файлов и папок переписываются на титульной странице отчета.

Титульный лист оформляется следующим образом (приложение 2). Вверху – название министерства (федерального агентства), на следующей строке – название университета, далее название института или факультета и название кафедры, на которой выполнена работа. В центре страницы – фраза «Лабораторная работа по курсу *(название курса)*»; через пустую строку – название лабораторной работы, номер варианта; через пустую строку – «Выполнил(и) студент(ы) группы *(номер группы)*: *(перечень фамилий и инициалов)*»; через пустую строку – «Проверил: *(уч. степень, уч. звание (должность), фамилия и инициалы)*». Внизу страницы подпись «Томск *(год выполнения работы)*».

Цель работы показывает, для чего выполняется работа, например, для получения или закрепления каких навыков, изучения чего-либо и т. п.

Теоретическая часть содержит описание объекта исследований, а также подробное описание методов и алгоритмов, необходимых для решения поставленной задачи, описание инструментальных (программных и технических) средств, используемых в работе.

Практическая часть включает ход выполнения работы, перечень полученных результатов, сопровождающихся необходимыми коммен-

тариями и промежуточными выводами, блок-схем, чертежей, графиков, диаграмм и т. д.

На основе обобщения результатов, представленных в практической части, делаются выводы о работе. В выводах также отмечаются все недоработки, по какой-либо причине имеющие место, предложения и рекомендации по дальнейшему исследованию поставленной в работе проблемы и т. п.

Библиографический список содержит ссылки на книги, периодические издания, интернет-страницы, использованные при выполнении работы и оформлении отчета. В основном тексте отчета ссылки на пункты библиографического списка приводятся в следующем виде: [4, С. 52], где 4 – номер пункта, С. 52 – дополнительное уточнение местоположения в тексте.

В приложение вносятся справочные таблицы, распечатки текстов программ, руководство (инструкция) пользователя программы и прочая информация, не включенная в основные разделы отчета.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Институт геологии и нефтегазового дела
Кафедра геоэкологии и геохимии

Лабораторная работа № 11

по курсу «Методы исследования радиоактивных руд и минералов»

**Определение характера распределения и содержания элементов
в минералах методом осколочной радиографии (f-радиографии)
(вариант № 2)**

Выполнил(и): студент(ы) группы 2А45
Иванов И.И.
Петров П.П.

Проверил: к.г.-м.н., доцент Волостнов А.В.

Месторасположение электронной версии документа

Сервер: _____

Папка: _____

Файл: _____

Томск 2008

**Критерии стадийности постмагматического минералообразования
(по А.Г.Бетехтину, 1958; И.Н. Кигай, 1966).**

1. Пересечение ранних минеральных отложений жилами и прожилками новой стадии минерализации, отличающимися по составу и прослеживающимися в забоях горных выработок на разных горизонтах месторождения.
2. Брекчирование ранее отложенных руд, обломки которых сцементированы минеральными массами, выпавшие из позднее поступивших растворов в связи с возобновлением тектонических подвижек.
3. Цикличность гидротермальной кислотно-основной дифференциации.
4. Внутриминерализационные дайки. Пересечение рудных тел дайками обычно совпадает с началом новой стадии минерализации.
5. Изменение плана деформаций, приводящее к локализации разновозрастной минерализации в трещинах разных направлений.
6. Скачкообразные изменения температуры и давления, обычно возрастающие в начале каждой стадии в связи с проникновением новой порции растворов, цикличность изменения окислительно-восстановительных условий.

Структуры руд определяются минеральными индивидами, которые слагают минеральный агрегат, и, следовательно, позволяют определить последовательность выделения минералов в стадии или ступени минералообразования.

**Критерии последовательности выделения минералов
(по А.И. Летувнинкас, 1974)**

Среди критериев выделяют две группы: одновременности и разновременности выделения минералов.

К критериям одновременности выделения минералов могут быть отнесены следующие.

1. Структура кристаллических агрегатов. При одновременном выделении минералов возникает идиоморфнозернистая, графическая, гребенчатая, аллотриоморфнозернистая структуры. Зерна минералов нередко обладают зональным строением, иногда с включениями минералов.

2. При отложении минералов из коллоидных растворов возникают колломорфная, гелевая и другие виды структур, в том числе и метаколлоидные, также являющиеся надежными признаками одновременности выделения минералов. Одновременность выделения минералов устанавливается также и по структурам распада твердых растворов: эмульсионной,

пластинчатой, решетчатой, зональной и др., а также различным структурам, возникающим при перекристаллизации минеральных агрегатов (бластическим).

К критериям одновременности выделения минералов относятся:

1. Разъедание, коррозия одних минералов другими, скелетная форма зерен. Характер границ между зернами неровный: наличие реликтов, замещаемого минерала в замещающем вдоль их границ, скелетные формы зерен – это свидетельство неравновесных соотношений между минералами, признаки замещения.
2. Последовательное наложение минеральных агрегатов в виде полос от зальбандов жилы к ее центру. Признак особенно характерен для жил выполнения, обладающих поясовым строением. Каждый из минеральных агрегатов может быть продуктом отдельной стадии минералоотложения. Зональность в жиле в таких случаях возникает вследствие постепенного изменения состава поступающего в полость рудоотложения раствора, либо при изменении его состава в связи с отложением более ранних минералов (зональность отложения).
3. Пересечение ранее отложенных руд (минеральных агрегатов) более поздними прожилками.
4. Брекчиевые и брекчиевидные текстуры, когда обломки ранее сформировавшихся пород или руд цементируются более поздней минеральной массой.
5. Пересечение жил и прожилков между собой:
 - а) пересекающиеся жилы и прожилки имеют различный состав;
 - б) пересекающиеся жилы и прожилки имеют одинаковый состав.
6. Друзовые и миаролитовые текстуры могут также использоваться в качестве критерия одновременности выделения минералов: жеоды и миаролы выполняются веществом, отложившимся позднее формирования включающих их пород.

Учебное издание

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ РАДИОАКТИВНЫХ РУД И МИНЕРАЛОВ

Методические указания к выполнению лабораторных работ
по курсу «Методы исследования радиоактивных руд» для магистрантов,
обучающихся по направлению
130100 «Геология и разведка полезных ископаемых»

Составитель

ВОЛОСТНОВ Александр Валерьевич

Научный редактор

доктор геолого-минералогических наук,
профессор

С.И. Арбузов

Редактор

А.В. Высоцкая

Верстка

Д.В. Сотникова

Дизайн обложки

О.Ю. Аршинова

О.А. Дмитриев

Подписано к печати 19.12.2008. Формат 60x84/16. Бумага «Снегурочка».


Печать XEROX. Усл. печ. л. 6,74. Уч.-изд. л. 6,10.

Заказ 848. Тираж 100 экз.



Томский политехнический университет
Система менеджмента качества
Томского политехнического университета сертифицирована
NATIONAL QUALITY ASSURANCE по стандарту ISO 9001:2000



ИЗДАТЕЛЬСТВО  ТПУ. 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30.