

ПРАЗЕОДИМ И ЕГО ОКИСЬ**Метод определения примесей окисей
редкоземельных элементов**Praseodymium and its oxide.
Method of determination of rare-earth element oxides**ГОСТ
23862.17-79**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает нейтронно-активационный метод определения примесей окисей редкоземельных элементов в празеодиме и его окиси.

Метод основан на облучении анализируемого материала и образцов сравнения потоком тепловых нейтронов $3 \cdot 10^{13}$ нейтр/см²·с с последующим измерением активности радиоактивных изотопов элементов.

Определяемые концентрации примесей окисей:

лантана от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ ‰

церия от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ ‰

неодима от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ ‰

самария от $3 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}$ ‰.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Реактор исследовательский водо-водяной с потоком нейтронов $n \cdot 10^{13}$ нейтр/см²·с и отношением тепловых нейтронов к быстрым 10 : 1.

Гамма-спектрометр полупроводниковый, состоящий из многоканального анализатора АИ-4096, блоков усиления сигналов, по-

лупроводникового германий-литиевого детектора объемом 60 см³ с фотоэффективностью регистрации гамма-линии кобальта-57 не менее 0,8—1,0%. Разрешение спектрометра по гамма-линии цезия-137 ($E_\gamma = 0,682$ МэВ)—(3—4) КэВ.

Гамма-источники образцовые спектрометрические (ОСГИ) по ГОСТ 8.315—78.

Средства индивидуальной защиты от излучения и загрязнений радиоизотопами согласно требованиям ОСП-72.

Радиометр «ТИСС» или аналогичный.

Контейнер свинцовый транспортный марки КЛ-7.

Контейнер настольный марки КТ.

Фольга алюминиевая 995-А толщиной 0,2—0,3 мм.

Порошок графитовый марки ОСЧ 7—4.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 110°C.

Ступка и пестик из органического стекла.

Пленка полиэтиленовая.

Бюксы стеклянные по ГОСТ 5.940—71 тип СВ24/10.

Пипетки на 0,1 мл.

Окиси лантана, церия, неодима и самария чистотой не менее 99,99%.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, концентрированная, 6 н.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление образцов сравнения

Образцы сравнения (ОС) готовят смешиванием графитового порошка с окисями определяемых РЗЭ. Готовят две серии ОС: первая (ОСЛС) содержит добавки лантана и самария, вторая (ОСЦН) — добавки церия и неодима.

Для приготовления ОСЛС 1, содержащего по 10% окисей лантана и самария, или ОСЦН 1, содержащего по 10% окисей церия и неодима, в ступку из органического стекла помещают 800 мг графитового порошка и по 100 мг свежeproкаленных окисей лантана и самария (для ОСЛС 1) или по 100 мг свежeproкаленных окисей церия и неодима (для ОСЦН 1). Содержимое перемешивают в течение 60 мин, добавляя спирт до кашецеобразного состояния массы. После окончания перемешивания смесь сушат в сушильном шкафу при температуре 100—110°C в течение 60 мин и растирают до измельчения образовавшихся комочков.

Образцы сравнения ОСЛС 2—ОСЛС 7 или ОСЦН 2—ОСЦН 6 готовят последовательным разбавлением соответственно ОСЛС 1 или ОСЦН 1, а затем каждого последующего образца графитовым порошком, повторяя каждый раз процедуру перемешива-

ния и высушивания, как описано для приготовления образцов ОСЛС 1 и ОСЦН 1.

Содержание каждой из определяемых примесей в образцах сравнения ОСЛС 2 — ОСЛС 7 и ОСЦН 2 — ОСЦН 6 и вводимые в смесь навески графитового порошка и предыдущего образца сравнения указаны в табл. 1.

Таблица 1

Обозначение образца	Массовая доля каждой из определяемых примесей в расчете на содержание окисей в смеси окисей и графитового порошка, %	Масса навески, г	
		графитового порошка	предыдущего образца (в скобках указано его обозначение)
ОСЛС 1	10	—	—
ОСЛС 2	1,0	1,004	0,112 (ОСЛС 1)
ОСЛС 3	$1 \cdot 10^{-1}$	1,046	0,116 (ОСЛС 2)
ОСЛС 4	$1 \cdot 10^{-2}$	1,458	0,162 (ОСЛС 3)
ОСЛС 5	$5 \cdot 10^{-3}$	0,620	0,620 (ОСЛС 4)
ОСЛС 6	$1 \cdot 10^{-3}$	0,960	0,240 (ОСЛС 5)
ОСЛС 7	$2 \cdot 10^{-4}$	0,800	0,200 (ОСЛС 6)
ОСЦН 1	10	—	—
ОСЦН 2	1,0	1,004	0,112 (ОСЦН 1)
ОСЦН 3	$1 \cdot 10^{-1}$	1,046	0,116 (ОСЦН 2)
ОСЦН 4	$1 \cdot 10^{-2}$	1,440	0,160 (ОСЦН 3)
ОСЦН 5	$5 \cdot 10^{-3}$	0,600	0,600 (ОСЦН 4)
ОСЦН 6	$1 \cdot 10^{-3}$	0,800	0,200 (ОСЦН 5)

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску анализируемой окиси празеодима массой 10 мг смешивают с 90 мг графитового порошка, упаковывают в алюминиевую фольгу, предварительно протертую спиртом, и маркируют.

Навеску анализируемого металлического празеодима массой 8,3 мг упаковывают в алюминиевую фольгу, предварительно протертую спиртом, и маркируют.

Образцы сравнения ОСЛС 4 — ОСЛС 7 и ОСЦН 4 — ОСЦН 6 массой по 100 мг каждого упаковывают в алюминиевую фольгу (каждый ОС отдельно) и маркируют.

Пробу и образцы сравнения облучают в ядерном реакторе в течение 10 ч потоком тепловых нейтронов $3 \cdot 10^{13}$ нейтр/см²·с. Транспортировка облученных проб и образцов сравнения, в соответствии с требованиями ОСП-72, осуществляется в свинцовых транспортных контейнерах марки КЛ-7 на специальной машине. Облученную пробу и образцы сравнения выдерживают в течение 11 сут.

В случае анализа окиси празеодима облученную пробу и образцы сравнения после выдерживания переносят в полиэтилено-

вые пакеты и измеряют на полупроводниковом гамма-спектрометре (см. п. 4.2).

При анализе металлического празеодима пробу и образцы сравнения переносят в стеклянные бюксы (для каждого образца сравнения отдельную бюксу), приливают по 1 мл 6 н. соляной кислоты и измеряют на полупроводниковом гамма-спектрометре (см. п. 4.2).

4.2. Измерение радиоактивности

Перед измерениями гамма-спектрометр градуируют по энергии с помощью эталонов гамма-излучателей комплекта ОСГИ. При градуировании подбирается такое усиление сигналов, поступающих с детектора, чтобы на один канал анализатора приходилось 0,8—1 КэВ.

Пробу измеряют последовательно с образцами сравнения в одинаковых геометрических условиях.

Определение проводят по основным фотопикам в спектре: лантана — по лантану-140 ($E_\gamma = 487$ КэВ), церия — по церию-141 ($E_\gamma = 144$ КэВ), неодима — по неодиму-147 ($E_\gamma = 91$ КэВ), самария — по самарию-153 ($E_\gamma = 103$ КэВ).

Определение площади основного фотопика в спектре S (S_0), имп/мин проводят с помощью блока математических операций анализатора или графическим путем после записи спектра на бумаге и вычисляют по формуле

$$S(S_0) = \sum_1^n I_i - \frac{I_{1\min} + I_{2\min}}{2} \cdot n,$$

где I_i — интенсивность излучения в i -ом канале, имп/мин;
 $I_{1\min}$, $I_{2\min}$ — интенсивность излучения (минимальная) справа и слева от пика, имп/мин;
 n — число каналов фотопика.

Время измерения площади основного фотопика пробы и образцов сравнения определяется реальным содержанием примесей в измеряемых пробах и образцах сравнения и составляет 5—10 мин.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю определяемой примеси окиси РЗЭ (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{S \cdot C_0 \cdot m_0}{S_0 \cdot m},$$

где C_0 — массовая доля определяемой примеси в образце сравнения, %;

m_0 — масса образца сравнения, мг;

m — масса навески анализируемой пробы в расчете на окись, мг.

За результат анализа принимают среднее результатов двух параллельных определений.

5.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

Таблица

Массовая доля окисей лантана, церия, неодима, %	Допускаемые расхождения, %	Массовая доля окиси самария, %	Допускаемые расхождения, %
$1 \cdot 10^{-3}$ $1 \cdot 10^{-2}$	$4 \cdot 10^{-4}$ $2 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $5 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \cdot 10^{-4}$ $4 \cdot 10^{-4}$ $2 \cdot 10^{-3}$

нение № 2 ГОСТ 23862.17—79 Празеодим и его окись. Метод определения окисей редкоземельных элементов

рждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета Р по управлению качеством продукции и стандартам от 17.05.90 № 1204

Дата введения 01.01.91

По всему тексту стандарта заменить обозначение концентрации: М на мг/дм^3 .

Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 5.1. Формула. Экспликацию дополнить словами: « S — площадь **ос-**новного фотопика примеси в спектре пробы, имп;

S_0 — площадь основного фотопика примеси в спектре образца сравнения, **ИМП**».

(ИУС № 8 1990 г.)