

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКСИДЫ

Химико-спектральный метод определения
примесей окисей редкоземельных элементов

ГОСТ
23862.7-79

Rare-earth metals and their oxides.
Chemical-spectral method of determination of
impurities in oxide of rare-earth elements

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября
1979 г. № 3988 срок действия установлен

с 01.01.1981 г.
до 01.01.1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения примесей окисей редкоземельных элементов в редкоземельных металлах и их окисях (кроме празеодима и его окиси).

Метод основан на экстракционно-хроматографическом концентрировании редкоземельных примесей с последующим спектральным анализом полученного концентрата.

Определяемые концентрации примесей окисей:

в лантане и его окиси:

	коллектор окись иттрия	коллектор окись лантана
церия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$
празеодима	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$
неодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$
самария	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$
европия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$
гадолиния	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$
тербия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$
диспрозия	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$
гольмия	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$
эрбия	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$
тулия	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$
иттербия	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$
лютеция	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$

в церии и его двуокиси:

коллектор окись иттрия		коллектор двуокись церия	
лантана	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
празеодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	
неодима	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	
самария	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	
европия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
гадолиния	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
тербия	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	
диспрозия	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
гольмия	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	
эрбия	от $2 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	
тулия	от $2 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	
иттербия	от $2 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	
лютеция	от $2 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	

в неодиме и его окиси:

коллектор окись иттрия		коллектор окись неодима	
лантана	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
церия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	
самария		от $4 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1}\%$	
европия		от $4 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1}\%$	
гадолиния		от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
тербия		от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	
диспрозия		от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
гольмия		от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	
эрбия		от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
тулия		от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	
иттербия		от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	
лютеция		от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	

в самарии и его окиси:

коллектор окись иттрия		коллектор окись самария	
лантана	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
церия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-1}\%$	от $2 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1}\%$	
празеодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-1}\%$	от $2 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1}\%$	
неодима	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
европия		от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	
гадолиния		от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
тербия		от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	
диспрозия		от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
гольмия		от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
эрбия		от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	
тулия		от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	
иттербия		от $4 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$	
лютеция		от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	

в европии и его окиси:

коллектор окись иттрия		коллектор окись европия	
лантана	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3\%}$	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3\%}$	
церия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$	от $2 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$	
празеодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$	от $2 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$	
неодима	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	
самария	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$	от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$	
гадолиния		от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	
тербия		от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$	
диспрозия		от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	
гольмия		от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	
эрбия		от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	
тулия		от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3\%}$	
иттербия		от $2 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3\%}$	
лютеция		от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	

в гадолинии и его окиси:

коллектор окись иттрия		коллектор окись гадолиния	
лантана	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	
церия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$	от $2 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$	
празеодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$	от $2 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$	
неодима	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	
самария	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	
тербия		от $2 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$	
диспрозия		от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	
гольмия		от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	
эрбия		от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3\%}$	
тулия		от $4 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3\%}$	
иттербия		от $2 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3\%}$	
лютеция		от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	

в тербии и его окиси:

коллектор окись иттрия		коллектор окись тербия	
лантана	от $7 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	
церия	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	
празеодима	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	
неодима	от $7 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$	от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$	
самария	от $7 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$	от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$	
европия	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$	
гадолиния	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	
диспрозия		от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$	
гольмия		от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	
эрбия		от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$	
тулия		от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$	
иттербия		от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3\%}$	
лютеция		от $2 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$	

в диспрозии и его окиси:

коллектор окись иттрия

лантана	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$
церия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
празеодима	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
неодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
самария	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
европия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
гадолиния	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-3\%}$
тербия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
гольмия	
эрбия	
тулия	
иттербия	
лютеция	

коллектор окись диспрозия

от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$
от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3\%}$
от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$
от $4 \cdot 10^{-3}$ до $2 \cdot 10^{-1\%}$
от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
от $2 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$
от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$

в гольмии и его окиси:

коллектор окись иттрия

лантана	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$
церия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
празеодима	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
неодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$
самария	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
европия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
гадолиния	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
тербия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
диспрозия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
эрбия	
тулия	
иттербия	
лютеция	

коллектор окись гольмия

от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$
от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$
от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
от $4 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
от $2 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3\%}$
от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$

в эрбии и его окиси:

коллектор окись иттрия

лантана	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3\%}$
церия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3\%}$
празеодима	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
неодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$
самария	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
европия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
гадолиния	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3\%}$
тербия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$
диспрозия	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3\%}$
гольмия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3\%}$

коллектор окись эрбия

от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3\%}$
от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2\%}$
от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2\%}$
от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2\%}$
от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3\%}$
от $4 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1\%}$
от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3\%}$
от $4 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3\%}$

тулия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$
иттербия	от $2 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-1}\%$
лютеция	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$

в тулии и его окиси:

коллектор окись иттрия		коллектор окись тулия	
лантана	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	
церия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
празеодима	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
неодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
самария	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
европия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	
гадолия	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	
тербия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
диспрозия	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
гольмия	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
эрбия	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
иттербия		от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	
лютеция		от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	

в иттербии и его окиси:

коллектор окись иттрия		коллектор окись иттербия	
лантана	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	
церия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
празеодима	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
неодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	
самария	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
европия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
гадолия	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	
тербия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
диспрозия	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
гольмия	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$	
эрбия	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	
тулия	от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$	от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$	
лютеция		от $4 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	

в лютеции и его окиси:

коллектор окись иттрия		коллектор окись лютеция	
лантана	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	
церия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
празеодима	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	от $8 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$	
неодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	
самария	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	от $8 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-2}\%$	
европия	от $4 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	от $2 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}\%$	
гадолия	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	
тербия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$	

диспрозия	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$
гольмия	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$
эрбия	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$
тулия	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$	от $8 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$
иттербия	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$

в иттрии и его окиси:

лантана	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$
церия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$
празеодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$
неодима	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$
самария	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$
европия	от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$
гадолиния	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$
тербия	от $1 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}\%$
диспрозия	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$
гольмия	от $4 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$
эрбия	от $2 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$
тулия	от $2 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$
иттербия	от $2 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$
лютеция	от $2 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-3}\%$

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Колонки хроматографические из молибденового стекла (черт. 1) высотой 800—1000 мм двух типов: колонки с водяной рубашкой; колонки без водяной рубашки. Схемы колонок приведены на черт. 1.

Испарители из молибденового стекла (черт. 2).

Термостат ТС-16 или аналогичный, обеспечивающий нагрев воды до $40 \pm 2^\circ\text{C}$.

Потенциометр ЛПУ-01 или аналогичный, для измерения рН от 1 до 11.

Мельница шаровая металлическая диаметром 210 мм, высотой 200 мм, массой 4 кг.

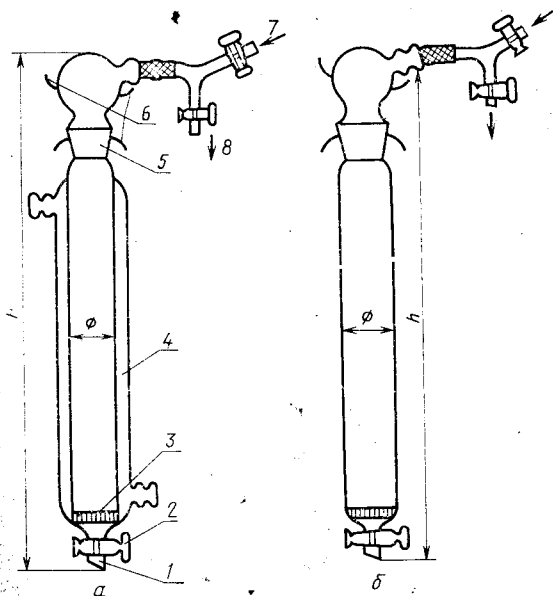
Шары металлические диаметром 30 мм, 25 шт.

Сита металлические.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 200°C .

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 1000°C .

Мотор швейный ДШС-2.



1—трубка толстостенная; 2—кран вакуумный; 3—фильтр стеклянный пористый № 1; 4—водяная рубашка; 5—шлиф; 6—держатели стеклянные; 7—патрубок для подачи газа в систему; 8—патрубок для соединения системы с атмосферой

Черт. 1

Спектрограф дифракционный ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм, работающей в первом порядке отражения, и трехлинзовой системой освещения.

Генератор дуговой типа ДГ-2 с дополнительным реостатом или аналогичный, приспособленный для поджига дуги постоянного тока высокочастотным разрядом.

Выпрямитель 250—300 В, 30—50 А.

Микрофотометр нерегистрирующий типа МФ-2 или аналогичный.

Спектропроектор ПС-18 или аналогичный.

Весы аналитические.

Весы торсионные типа ВТ-500 или аналогичные.

Ступка и пестик из агата или яшмы.

Станок для заточки электродов.

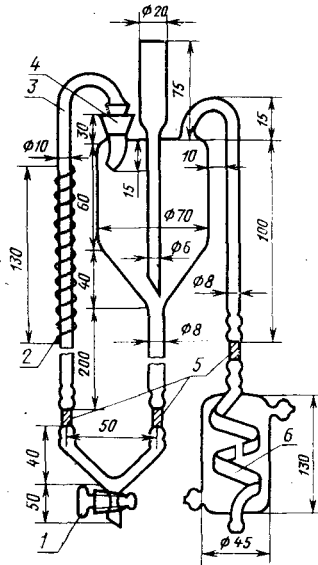
Угли спектральные ОСЧ-7—3, диаметром 6 мм.

Электроды, выточенные из углей спектральных ОСЧ-7—4, диаметром 6 мм, заточенные на усеченный конус с углом при вершине 15° и с площадкой диаметром 1,5 мм на конце.

Электроды, выточенные из углей спектральных ОСЧ-7—3 диаметром 6 мм с каналом глубиной 5 мм, диаметром 2 мм и толщиной стенок 1 мм.

Порошок графитовый ОСЧ-7—4.

Тигли фарфоровые.



1—кран вакуумный; 2—спираль из нихрома сечением 0,4 мм и длиной 300 мм; 3—трубка кварцевая; 4—шлиф; 5—соединения хлорвиниловыми трубками; 6—холодильник с 6 витками

Пластины фотографические спектрографические тип I, размером 9×24 или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий в спектре.

Бумага универсальная индикаторная.

Баня водяная.

Плитка электрическая.

Редукторы кислородные.

Манометры по ГОСТ 8625—77 на $3,9 \cdot 10^{-3}$ Па (4 кгс/см²).

Насос водоструйный лабораторный стеклянный по ГОСТ 10696—75.

Воронки делительные вместимостью 1000, 2000 мл.

Воронка Бюхнера диаметром 132 мм.

Бюретки вместимостью 25 мл.

Цилиндры стеклянные вместимостью 1000 мл с притертой пробкой.

Колба стеклянная вместимостью 1000 мл с обратным холодильником.

Колбы мерные вместимостью 100, 1000 мл.

Мешалка стеклянная пропеллерная.

Прибор стеклянный для перегонки с колбой Вюрца вместимостью 500, 1000 мл.

Чашки фарфоровые диаметром 210 мм.

Пробки резиновые.

Пленка полиэтиленовая.

Силикагель марки КСК № 2 или 2,5.

Окиси редкоземельных элементов лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция, иттрия — чистые по определяемым примесям.

Раствор хлористого иттрия, содержащий 30 мг/мл иттрия: 38,1 г окиси иттрия помещают в стакан вместимостью 500 мл, приливают 50 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доводят водой до метки.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, х. ч., насыщенный раствор.

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—76, х. ч., 5%-ный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, 10%-ный раствор.

Натрий гидроксид по ГОСТ 4328—77, х. ч., 0,1 н., 0,5 н., 1 н., 2 н. растворы.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74, х. ч.;

0,1 М раствор (16,8 г растворяют в 1000 мл воды); готовят в день употребления.

0,1 М раствор в 3,5 н. растворе азотной кислоты; готовят в день употребления.

0,1 М раствор в 7 н. азотной кислоте; готовят в день употребления.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74 или аргон газообразный по ГОСТ 10157—73.

Аммоний роданистый 0,3 М, 0,8 М растворы с pH 4,7.

Арсенazo-III, 0,02%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., концентрированная 0,01 н., 0,1 н., 0,3 н., 0,4 н., 0,5 н., 0,8 н., 1 н., 1,1 н., 1,2 н., 1,5 н., 2 н., 2,2 н., 2,4 н., 2,5 н., 3 н., 4 н., 5 н., 7 н. титрованные растворы.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, х. ч., насыщенный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., 15 н., 3,5 н., 7 н. растворы.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—73, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, х. ч., концентрированный, 5%-ный раствор.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76.

Ди-(2-этилгексил) фосфорная кислота (Д2ЭГФК), техническая (50—70%) и улучшенная (не менее 95%).

Д2ЭГФК 100%-ный раствор получают из технической Д2ЭГФК (см. п. 3.1) или из улучшенной Д2ЭГФК (см. п. 3.2).

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Раствор 100%-ной Д2ЭГФК в толуоле (60% Д2ЭГФК, 40% толуола).

Трибутилфосфат (ТБФ).

Эфир этиловый.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Диметилдихлорсилан.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Диметилдихлорсилан, раствор в четыреххлористом углероде (1:4).

Ацетон по ГОСТ 2603—71.

Этиленгликоль по ГОСТ 10164—75.

Кислота аскорбиновая, 0,5%-ный раствор в 1 н. соляной кислоте; готовят в день употребления.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Очистка технической Д2ЭГФК

В стакан вместимостью 1000 мл помещают 500 мл технической Д2ЭГФК, добавляют 250 мл 7 н. соляной кислоты и выдерживают в течение 5—6 ч в водяной бане при 80°C, перемешивая механической мешалкой. Смесь переносят в делительную воронку вместимостью 1000 мл и после расслаивания отделяют водный слой (нижний). Органическую фазу промывают 3—4 раза водным раствором хлористого натрия, порциями по 300 мл, переносят в делительную воронку вместимостью 2000 мл, добавляют 500 мл этилового эфира, перемешивают и нейтрализуют 2 н. раствором гидроксида натрия до pH 7 (контроль проводят по универсальной индикаторной бумаге). Далее органический раствор дважды промывают 1 н. раствором гидроксида натрия (порциями по 750 мл) и один раз 750 мл 0,5 н. раствора едкого натра, нейтрализуют 2 н. раствором соляной кислоты до pH 2,5 (контроль проводят по универсальной индикаторной бумаге), трижды промывают водным раствором хлористого натрия порциями по 750 мл.

Органическую фазу переносят в стакан вместимостью 3000 мл, добавляют 1500 мл водного раствора хлористого иттрия, содержа-

шего 30 мг/мл иттрия, перемешивают механической мешалкой 3—5 мин, выдерживают 10 мин и отделяют водный слой от осадка декантацией. Осадок дважды промывают ацетоном (порциями по 750 мл) и дважды этиловым эфиром (порциями по 600 мл) при энергичном перемешивании механической мешалкой. Каждый раз твердую фазу отделяют от промывной жидкости на воронке Бюхнера диаметром 132 мм. Промытый осадок переносят в стакан вместимостью 2000 мл, добавляют 200 мл этилового эфира, 500 мл 7 н. соляной кислоты и растворяют при перемешивании механической мешалкой.

Стадии осаждения, промывания и растворения осадка должны следовать друг за другом без перерыва во времени. Смесь переносят в делительную воронку вместимостью 2000 мл и после расщепления водную фазу (нижний слой) переносят в стакан вместимостью 1000 мл и оставляют для регенерирования иттрия. К органической фазе в делительной воронке добавляют 200 мл этилового эфира и промывают 6—8 раз 7 н. соляной кислотой порциями по 500 мл до полного удаления иттрия. Полноту удаления иттрия контролируют по цветной реакции с арсеназо-III. Для этого на полиэтиленовую пленку наносят одну каплю раствора арсеназо-III, одну каплю промывного раствора, три капли насыщенного раствора уксуснокислого натрия и перемешивают. Розовая окраска указывает на полное удаление иттрия. Синяя и зеленая окраска указывает на наличие иттрия в промывном растворе. После удаления иттрия, органическую фазу 2—3 раза промывают дистиллированной водой порциями по 500 мл, затем промывают 6—8 раз этиленгликолем порциями по 200 мл и 3—4 раза водой для удаления этиленгликоля.

Очищенную Д2ЭГФК переносят в перегонный аппарат и отгоняют эфир и воду при 40°C и разрежении, создаваемом водоструйным насосом.

Чистоту полученной Д2ЭГФК проверяют потенциометрическим титрованием. На титрование берут 1 г Д2ЭГФК, разбавляют 15 мл этилового спирта и титруют 0,1 н. раствором гидроокиси натрия. Если на кривой титрования присутствует второй скачок потенциала, необходимо повторить очистку экстрагента этиленгликолем.

Массовую долю Д2ЭГФК в процентах вычисляют по формуле

$$\text{Д2ЭГФК} = M \cdot N \cdot 32,2,$$

где M — количество раствора гидроокиси натрия, израсходованное на титрование, мл;

N — нормальность раствора гидроокиси натрия.

Для регенерирования иттрия, водную фазу нейтрализуют аммиаком до рН 1—2 (контроль проводят по универсальной индикаторной бумаге), нагревают до кипения и добавляют горячий насыщенный раствор щавелевой кислоты до полного осаждения.

Раствор с осадком выдерживают в течение 24 ч и фильтруют через фильтр с синей лентой. Осадок на фильтре промывают водой, высушивают и прокаливают в муфельной печи 2 ч при 900°C. Выделенную окись иттрия используют для очистки новых порций экстрагента.

3.2. Очистка улучшенной Д2ЭГФК

В стакан вместимостью 1000 мл помещают 500 мл улучшенной Д2ЭГФК, добавляют 250 мл 7 н. соляной кислоты и выдерживают в водяной бане в течение 5—6 ч при 80°C при перемешивании механической мешалкой. Смесь переносят в делительную воронку вместимостью 1000 мл и после расслаивания фаз отделяют водный слой (нижний). Органическую фазу промывают 3—4 раза водным раствором хлористого натрия порциями по 300 мл, переносят в делительную воронку вместимостью 2000 мл, добавляют 500 мл этилового эфира, перемешивают и нейтрализуют 2 н. раствором гидроокиси натрия до рН 7 (контроль проводят по универсальной индикаторной бумаге). Далее органический раствор дважды промывают 1 н. раствором гидроокиси натрия (порциями по 750 мл), один раз 750 мл 0,5 н. раствора гидроокиси натрия нейтрализуют 2 н. раствором соляной кислоты до рН 2,5 (контроль проводят по универсальной индикаторной бумаге) и трижды промывают водным раствором хлористого натрия порциями по 750 мл.

К органической фазе добавляют 200 мл этилового эфира, перемешивают и промывают 6—8 раз этиленгликолем порциями по 200 мл и 3—4 раза водой для удаления этиленгликоля.

Очищенную Д2ЭГФК переносят в перегонный аппарат и отгоняют эфир и воду при 40°C и разрежении, создаваемом водоструйным насосом.

Чистоту полученной Д2ЭГФК проверяют потенциометрическим титрованием (п. 3.1).

3.3. Очистка ТБФ

В стакан вместимостью 2000 мл помещают 500 мл ТБФ и 500 мл 7 н. соляной кислоты и выдерживают при 60°C, перемешивая растворы механической мешалкой. Температуру поддерживают нагреванием в водяной бане. Смесь переносят в делительную воронку вместимостью 2000 мл, после расслаивания фаз водный слой (нижний) отбрасывают и промывают органическую фазу два раза дистиллированной водой порциями по 500 мл, три раза 5%-ным раствором углекислого натрия порциями по 500 мл, и три раза водой порциями по 500 мл.

Очищенный ТБФ переносят в перегонный аппарат и отгоняют воду и бутиловый спирт при 40°C и разрежении, создаваемом водоструйным насосом.

3.4. Подготовка силикагеля

3.4.1. В шаровую мельницу помещают 500 г силикагеля, 25 металлических шаров и измельчают силикагель в течение 25 мин.

Затем силикагель просеивают и отбирают фракции минус 0,102 мм плюс 0,075 мм; минус 0,075 плюс 0,060 мм.

3.4.2. Для отбора силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм фракцию минус 0,075 плюс 0,060 мм помещают в цилиндр диаметром 40—50 мм, добавляют дистиллированную воду (отношение объемов твердой и жидкой фаз 1:10) и тщательно перемешивают. Суспензию выдерживают в течение 10 мин и декантируют водную фазу. Эту операцию повторяют 5—6 раз до получения прозрачной водной фазы. Силикагель 5—6 раз промывают горячей 7 н. соляной кислотой и дистиллированной водой до рН 7 (контроль ведут по универсальной индикаторной бумаге). Отмытый силикагель высушивают в сушильном шкафу при 150°C. Горячий высушенный силикагель переносят в сухую стеклянную емкость и плотно закрывают резиновой пробкой. Если после охлаждения на стенках колбы появится влага, силикагель следует высушить повторно. Высушенный силикагель хранят в плотно закрытых стеклянных емкостях.

3.4.3. Силикагель с размером зерна 0,1 мм получают из фракции минус 0,102 мм плюс 0,075 мм (п. 3.4.2).

3.4.4. Гидрофобизирование силикагеля

В фарфоровую чашку помещают 100 г полученного сухого силикагеля и выдерживают в сушильном шкафу при 120°C в течение 1 ч. Горячий силикагель переносят в сухую колбу вместимостью 1000 мл с обратным холодильником, добавляют 250 мл смеси диметилдихлорсилана с четыреххлористым углеродом и кипятят 3 ч при нагревании в водяной бане, поддерживая в водяной бане температуру 80°C. Силикагель отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают 2—3 раза четыреххлористым углеродом порциями по 100 мл и два раза ацетоном порциями по 100 мл. Промытый силикагель переносят в фарфоровую чашку и высушивают в сушильном шкафу при 60°C в течение 1 ч, а затем при 120°C — 2—3 ч.

3.5. Приготовление сорбента

Сорбент получают, пропитывая порции гидрофобизированного силикагеля экстрагентом ДЭГФК или ТБФ. 40 г силикагеля помещают в стакан вместимостью 100 мл, добавляют по каплям из бюретки, при тщательном перемешивании стеклянной палочкой, 24 мл экстрагента. Сорбент должен быть сухим, порошкообразным предварительно выдержанным не менее 7 суток.

3.6. Заполнение колонки и подготовка ее к работе

Сорбент помещают в колбу Бунзена вместимостью 1000 мл, добавляют 200 мл 0,1 н. соляной кислоты, нагретой до 60°C, помещают в водяную баню, поддерживая температуру 60°C, закрывают резиновой пробкой, подключают к водоструйному насосу и выдер-

живают при разрежении до полного осаждения сорбента. Затем сорбент взмучивают и полученную суспензию количественно переносят в стеклянную хроматографическую колонку. В закрытую колонку подают давление $1,2 \cdot 10^5$ Па.

После уплотнения сорбента на него помещают перфорированный поливинилхлоридный диск с диаметром отверстия 0,5 мм (диаметр диска равен внутреннему диаметру колонки). Сорбент в колонке промывают 500—700 мл раствора аскорбиновой кислоты и 0,1 н. соляной кислотой объемом 300—400 мл.

3.7. Техника работы на хроматографической колонке

Все разделения РЗЭ, кроме оговоренных в соответствующих пунктах, проводят при 40°C . Температуру поддерживают термостатированной водой. Растворы, проходящие через колонку, предварительно нагревают на электроплитке до 50 — 60°C , заливают в колонку сверху и пропускают со скоростью $0,8$ мл/см²·мин. Скорость движения растворов поддерживают давлением, создаваемым аргоном или азотом из баллонов или сжатым воздухом. При прохождении растворов через колонку следят, чтобы сорбент всегда был под слоем раствора. Перед началом разделений колонку промывают раствором соляной кислоты с концентрацией, равной концентрации ее в первом элюате, объемом, равным свободному объему сорбента. После окончания разделений через колонку пропускают 0,1 н. соляную кислоту, объем кислоты равен свободному объему сорбента.

3.8. Выделение концентрата примесей РЗЭ

Концентраты примесей получают, пропуская через экстракционно-хроматографическую колонку раствор анализируемой пробы с последующим элюированием примесей элюатами, составы которых приведены в методиках анализа исследуемых основ. Отбирают фракции элюата, не содержащие элемент основы. Наличие элемента основы в элюатах определяют по цветной реакции с арсеназо-III. Для этого на полиэтиленовую пленку наносят одну каплю раствора арсеназо-III, одну каплю испытуемого раствора, две капли насыщенного раствора ацетата натрия и перемешивают стеклянной палочкой. Полученную окраску сравнивают с окраской контрольного опыта.

Контрольный опыт выполняют следующим образом: одну каплю арсеназо-III помещают на полиэтиленовую пленку, добавляют одну каплю элюата, две капли насыщенного раствора ацетата натрия и перемешивают; окраска раствора должна быть розовой.

Сиреневая, синяя и зеленая окраски указывают на наличие элемента основы в испытуемом растворе. Фракции элюата, не содержащие элемента основы, упаривают до объема 15—20 мл (концентрат примесей) (пп. 4.1—4.15).

3.9. Подготовка концентрата примесей РЗЭ к спектральному анализу

В концентрат примесей добавляют 20—40 мг коллектора — окиси иттрия или окиси анализируемого РЗЭ, которые должны быть чистыми по определяемым примесям. Концентрат с добавками РЗЭ нагревают на электроплитке до полного растворения и упаривают до влажных солей. Влажные соли растворяют в 10 мл 1 н. соляной кислоты и раствор фильтруют через фильтр с синей лентой, собирая фильтрат в стакан вместимостью 50 мл. Фильтр промывают 10 мл дистиллированной воды, промывной раствор собирают в стакан с фильтратом. Растворы перемешивают, нагревают до кипения и добавляют 10 мл горячего насыщенного раствора щавелевой кислоты. Раствор с осадком выдерживают при комнатной температуре 24 ч. Осадок отфильтровывают, промывают 1%-ным раствором щавелевой кислоты, переносят в фарфоровый тигель, подсушивают на электроплитке и прокаливают 1 ч в муфельной печи при температуре 900°C. Полученную окись, обогащенную определяемыми примесями, подвергают спектральному анализу и находят содержание окисей определяемых элементов по ГОСТ 23862.1—79.

3.10. Проверка правильности работы хроматографической колонки

Для анализа каждого из редкоземельных металлов или его окиси используют отдельную, специально подготовленную колонку. Параметры колонок приведены в разд. 4. ГОСТ 23862.7—79 ÷ ÷ 23862.9—79, 23862.18—79.

На каждой из вновь приготовленных хроматографических колонок проводят выделение концентратов редкоземельных примесей из двух проб с добавками определяемых элементов по методике анализа исследуемой основы.

Выделенные концентраты анализируют спектральным методом по ГОСТ 23862.1—79, 23862.8—79, 23862.9—79.

Расхождения между результатами анализа не должны превышать допускаемых расхождений, приведенных в ГОСТ 23862.1—79, 23862.8—79, 23862.9—79. В противном случае сорбент в колонке заменяют. При использовании колонки для последующих анализов сравнивают объемы элюатов до начала появления элемента основы. Различие в величинах этих объемов в разных опытах не должно превышать 5%. Если объем элюата до появления элемента основы сдвигается более чем на 5%, выполняют анализ двух проб с добавками определяемых элементов. Если полученные результаты анализа занижены, сорбент в колонке следует заменить. После десяти разделений проверяют чистоту колонки, пропуская элюанты, составы и объемы которых приведены в методиках анализа исследуемых основ. Элюаты упаривают и анализируют, как концентраты. При наличии определяемых элементов в элюатах, сор-

бент в колонке промывают раствором 7 н. соляной кислотой объемом, равным 4—5 свободным объемам сорбента и повторяют контрольный опыт.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Анализ лантана или его окиси

Определение содержания окисей церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция.

Концентрат примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке с водяной рубашкой. Внутренний диаметр колонки 16 мм. Колонка заполнена сорбентом (25 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 15 мл 100%-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 40 мл). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического лантана массой 0,85 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 100 мл, добавляют 6—8 мл 7 н. соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода и нагревают до растворения. Раствор упаривают почти досуха, хлориды РЗЭ растворяют в 50 мл 0,01 н. соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на экстракционно-хроматографической колонке — по п. 3.7. Стакан, в котором растворилась проба, промывают 50 мл 0,3 н. соляной кислотой. Промывной раствор пропускают через колонку. Через колонку пропускают 0,3 н. соляную кислоту, 180 мл элюата (включая объем пробы и промывного раствора) собирают в мерный цилиндр вместимостью 250 мл (раствор чистого лантана). Элюат собирают в пробирки порциями по 5 мл, в каждой из которых определяют наличие лантана по п. 3.8.

Порции элюата, не содержащие лантан, переносят в мерный цилиндр вместимостью 1000 мл. Через колонку пропускают 450 мл 7 н. соляной кислоты, собирая элюат в тот же мерный цилиндр. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 мл, переносят в стакан вместимостью 50 мл — концентрат редкоземельных примесей. К концентрату примесей РЗЭ добавляют 40 мг окиси иттрия или окиси лантана, подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9, и анализируют полученную окись иттрия или лантана, обогащенную примесями РЗЭ, по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю каждой из окисей церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия или лантана, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2,1.

4.2. Анализ церия или его двуокиси

Определение содержания окисей лантана, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентрат примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке без водяной рубашки. Внутренний диаметр колонки 29 мм. Колонка заполнена сорбентом (42 г силикагеля с размером зерна 0,1 мм+25 мл ТБФ, свободный объем сорбента 60 мл). Заполнение колонки см. п. 3.6.

Навеску металлического церия массой 1,62 г помещают в стакан вместимостью 100 мл, добавляют 30 мл 15 н. азотной кислоты и нагревают до полного растворения пробы.

Навеску двуокиси церия массой 2 г помещают в стакан вместимостью 100 мл, смачивают несколькими каплями дистиллированной воды, добавляют 5—6 капель плавиковой кислоты, 30 мл 15 н. азотной кислоты и растворяют при нагревании.

Раствор пробы упаривают до объема 15 мл, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 30 мл 0,1 М раствора бромноватокислого калия в воде и пропускают через колонку, предварительно промытую 100 мл 0,1 М раствора бромноватокислого калия в 7 н. азотной кислоте. Техника работы на хроматографической колонке по п. 3.7.

Выделение концентрата примесей РЗЭ проводят при комнатной температуре. Стакан, в котором растворялась проба, промывают 10 мл 0,1 н. раствора бромноватокислого калия в 3,5 н. азотной кислоте. Промывной раствор пропускают через колонку. Элюат собирают в мерный цилиндр вместимостью 250 мл. Через колонку пропускают 70 мл 0,1 М раствора бромноватокислого калия в 3,5 н. азотной кислоте, собирая элюат в тот же цилиндр. Собирают 120 мл элюата (включая объем пробы и промывного раствора). Элюат упаривают в испарителе до объема 20 мл, переносят в стакан вместимостью 100 мл (концентрат примесей РЗЭ). Через колонку пропускают 100 мл 1 н. соляной кислоты. Элюат отбрасывают. К концентрату РЗЭ добавляют 40 мг окиси иттрия или двуокиси церия и нагревают до растворения. Раствор упаривают до объема 2 мл, разбавляют водой до 25 мл и нейтрализуют концентрированным аммиаком. После появления осадка добавляют избыток аммиака 0,5 мл. Раствор с осадком нагревают до кипения и фильтруют через фильтр с белой лентой. Осадок на фильтре промывают два раза 5%-ным раствором аммиака, растворяют в 15 мл 0,5 н. соляной кислоты и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9. Полученную окись ит-

трия или двуокись церия, обогащенную примесями РЗЭ, анализируют по ГОСТ 23862.1—79.

Массовые доли окисей лантана, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия или двуокиси церия, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2.1.

4.3. Анализ неодима или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей получают в экстракционно-хроматографической колонке с водяной рубашкой. Внутренний диаметр колонки — 30 мм. Колонка заполнена сорбентом (130 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 80 мл 100%-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 215 мл). Заполнение колонки см. п. 3.6.

Навеску металлического неодима массой 0,86 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 6—8 мл 7 н. соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода нагревают до полного растворения и упаривают досуха. Хлориды РЗЭ растворяют в 30 мл 0,1 н. соляной кислоты и пропускают через колонку. Техника работы на экстракционно-хроматографической колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 мл 0,1 н. соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Затем через колонку пропускают 600 мл 0,4 н. соляной кислоты. Первые 100 мл элюата, включая объемы раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 360 мл элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 500 мл. Далее элюат собирают порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие неодима (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие неодим, добавляют к элюату в мерном цилиндре и упаривают в испарителе до объема 15—20 мл (концентрат I). После того, как в элюате будет обнаружен неодим, через колонку пропускают 1 н. соляную кислоту. 200 мл элюата собирают в стакан вместимостью 250 мл (раствор чистого неодима). Элюат собирают порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие неодима (по п. 3.8). Порции элюата, не содержащие неодим, переносят в испаритель и далее упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку

2400 мл 7 н. соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 мл (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана и церия, в концентрате II — окисей самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция.

В концентрат I вносят 20 мг окиси иттрия или окиси неодима, а в концентрат II — 40 мг окиси неодима и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9. Полученные окиси иттрия и неодима, обогащенные РЗ примесями, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окиси лантана (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси лантана в обогащенной окиси иттрия или окиси неодима, %.

Массовую долю двуокиси церия (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля двуокиси церия в обогащенной окиси иттрия или обогащенной окиси неодима, %.

Массовую долю самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси неодима, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать 2,1.

4.4. Анализ самария или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентрат примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке с водяной рубашкой. Внутренний диаметр колонки — 30 мм. Колонка заполнена сорбентом (115 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 70 мл 100%-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 187 мл). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического самария массой 0,86 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 6—8 мл 7 н. соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода и нагревают до пол-

ного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 мл 0,5 н. соляной кислоты. Раствор пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 мл 0,5 н. соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Затем через колонку пропускают 1 н. соляную кислоту. Первые 80 мл элюата, включая объем раствора анализируемой пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 70 мл элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 200 мл. Затем элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие самария (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие самарий, добавляют к элюату в цилиндре и упаривают в испарителе до объема 15—20 мл, переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат I). После того, как в порции элюата будет обнаружен самарий, следующие 100 мл элюата собирают в стакан — раствор чистого самария. Затем элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие самария (по п. 3.8). Порции элюата, не содержащие самарий, переносят в испаритель и в дальнейшем упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 2000 мл 7 н. соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и раствор переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима;

в концентрате II — окисей европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лутеция.

К концентрату I добавляют 20 мг окиси иттрия или окиси самария, к концентрату II добавляют 40 мг окиси самария, нагревают до растворения и подготавливают к спектральному анализу (см. п. 3.9). Полученные окиси иттрия и самария, обогащенные примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима и неодима (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия или окиси самария, %.

Массовую долю окисей европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лутеция (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси самария, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2,1.

4.5. Анализ европия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке диаметром 33 мм, заполненной сорбентом (150 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 90 мл 100%-ной ДЭГФК, свободный объем сорбента 240 мл). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического европия массой 0,86 г или 1 г окиси европия помещают в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 6—10 мл 7 н. соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают почти досуха, растворяют в 30 мл 0,8 н. соляной кислоты и пропускают через колонку. Техника работы на экстракционно-хроматографической колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 мл 0,8 н. соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее через колонку пропускают 1 н. соляную кислоту. Первые 150 мл элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 300 мл элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 500 мл. Затем элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие европия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие европий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре и упаривают в испарителе до объема 15—20 мл, раствор переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат I), 250 мл элюата собирают в стакан вместимостью 500 мл (раствор чистого европия). Элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие европия (см. п. 3.8).

Порции элюата, не содержащие европий, переносят в испаритель и в дальнейшем упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 2600 мл 7 н. соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария;

в концентрате II — окисей гадолия, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция.

В концентрат I добавляют 20 мг окиси иттрия или окиси европия; в концентрат II добавляют 20 мг окиси европия, нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9. Полученные окиси иттрия и европия, обогащенные определяемыми примесями, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия, или окиси европия, %.

Массовую долю окиси самария (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{A}{40},$$

где A — массовая доля окиси самария в обогащенной окиси иттрия, или окиси европия, %.

Массовую долю окиси гадолия (X_9) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окиси гадолия в обогащенной окиси европия, %.

Массовую долю окисей тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия и лютеция (X_{10}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10} = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окисей определяемых элементов в обогащенной окиси европия, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2,1.

4.6. Анализ гадолия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей РЗЭ получают в хроматографической колонке диаметром 33 мм, заполненной сорбентом (150 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 90 мл 100%-ной ДЭГФК, свободный объем сорбента 240 мл). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического гадолиния массой 0,87 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 6—10 мл 7 н. соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают досуха, хлориды РЗЭ растворяют в 30 мл 0,8 н. соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 мл 0,8 н. соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Через колонку пропускают 1 н. соляную кислоту. Первые 150 мл элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 200 мл элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 500 мл. Затем элюат собирают порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие гадолиния (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие гадолиний, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 мл, раствор переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат I). Через колонку пропускают 2,5 н. соляную кислоту. 200 мл элюата (раствор чистого гадолиния) собирают в мерный цилиндр вместимостью 500 мл. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие гадолиния (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие гадолиний, переносят в испаритель и упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 2600 мл 7 н. соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 мл, раствор переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария;

в концентрате II — окисей тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция.

В концентрат I добавляют 20 мг окиси иттрия или окиси гадолиния, в концентрат II — 20 мг окиси гадолиния — нагревают до растворения и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9. Полученные окиси иттрия и гадолиния, обогащенные определяемыми примесями, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария (X_{11}) в процентах вычисляют по формуле.

$$X_{11} = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия или окиси гадолиния, %.

Массовую долю окисей тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция (X_{12}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12} = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси гадолиния, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2,1.

4.7. Анализ тербия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке диаметром 25 мм, заполненной сорбентом (75 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 50 мл 100%-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 135 мл). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического тербия массой 0,85 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 6—10 мл концентрированной соляной кислоты и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 мл 1 н. соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 мл 1 н. соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее колонку промывают 1,2 н. соляной кислотой. Первые 80 мл элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают. Следующие 300 мл элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 500 мл. Элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие тербия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие тербий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат I). Затем через колонку пропускают 2 н. соляную кислоту. Первые 60 мл элюата отбрасывают, следующие 300 мл элюата собирают в стакан (раствор чистого тербия), затем элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие тербия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие тербий, переносят в испаритель и в дальнейшем упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 1500 мл 7 н. соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат II). В концентрат I добавляют 20 мг окиси иттрия или окиси тербия, в концентрат II — 20 мг окиси тербия, нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по методике, при-

веденной в п. 3.9. Полученные окиси иттрия и тербия, обогащенные примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния;

в концентрате II — диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния (X_{13}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{13} = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия или окиси тербия, %.

Массовую долю окисей диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция (X_{14}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{14} = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси тербия, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2,1.

4.8. Анализ диспрозия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке диаметром 33 мм, заполненной сорбентом (150 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 90 мл 100%-ной ДЭГФК, свободный объем сорбента 240 мл). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического диспрозия массой 0,87 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 5—6 мл концентрированной соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 мл 1, 1н. соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 мл 1,1 н. соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее через колонку пропускают 1,6 н. соляную кислоту. Первые 150 мл элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 550 мл элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 мл. Элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие дис-

прозия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие диспрозий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат I). Затем колонку промывают 2,5 н. соляной кислотой. Первые 600 мл элюата собирают в стакан (раствор чистого диспрозия), далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие диспрозия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие диспрозий, переносят в испаритель и в дальнейшем упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 2600 мл 7 н. соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 мл, переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия; в концентрате II — гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция.

В концентрат I добавляют 40 мг окиси иттрия или окиси диспрозия, в концентрат II — 20 мг окиси диспрозия — нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9. Полученные окиси иттрия и диспрозия, обогащенные примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия (X_{15}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{15} = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия или окиси диспрозия, %.

Массовую долю окисей гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция (X_{16}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{16} = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси диспрозия, %.

Допускаемые результаты расхождений двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2,1.

4.9. Анализ гольмия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке диаметром 33 мм, заполненной сорбентом (150 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 90 мл 100%-ной ЦЭЭГФК, свободный объем сорбента 240 мл).

Навеску металлического гольмия массой 0,87 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 5—6 мл 7 н. соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 мл 1,5 н. соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 мл 1,5 н. соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Колонку промывают 2 н. соляной кислотой. Первые 150 мл элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 500 мл собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 мл. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие гольмия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие гольмий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат I). Затем через колонку пропускают 3 н. соляную кислоту. Первые 250 мл элюата собирают в стакан (раствор чистого гольмия), далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие гольмия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие гольмий, переносят в испаритель и в дальнейшем упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 2600 мл 7 н. соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия;

в концентрате II — окисей эрбия, тулия, иттербия, лютеция.

В концентрат I добавляют 40 мг окиси иттрия или окиси гольмия, в концентрат II — 20 мг окиси гольмия, нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9. Полученные окиси иттрия и гольмия, обогащенные примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия (X_{17}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{17} = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия или окиси гольмия, %.

Массовую долю окиси диспрозия (X_{18}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{18} = \frac{A}{12,5},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия или окиси гольмия, %.

Массовую долю окисей эрбия, тулия, иттербия, лютеция (X_{19}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{19} = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси гольмия, %.

Допускаемые результаты расхождений двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2,14.10. Анализ эрбия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, тулия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке диаметром 33 мм, заполненной сорбентом (150 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 90 мл 100%-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 240 мл).

Навеску металлического эрбия массой 0,87 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 5—6 мл 7 н. соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 мл 2 н. соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 мл 2,4 н. соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Колонку промывают 2,4 н. соляной кислотой. Первые 150 мл элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 750 мл элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 мл. Элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие эрбия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие эрбий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат I). Через колонку пропускают 4,4 н. соляную кислоту. 350 мл элюата собирают в стакан (раствор чистого эрбия), далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие эрбия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие эрбий, переносят в испаритель и в дальнейшем упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 2600 мл 7 н.

соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия;

в концентрате II — тулия, иттербия, лютеция.

В концентрат I добавляют 40 мг окиси иттрия или окиси эрбия, в концентрат II — 20 мг окиси эрбия, нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9.

Полученные окиси иттрия и эрбия, обогащенные примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия (X_{20}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{20} = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия или окиси эрбия, %.

Массовую долю окиси гольмия (X_{21}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{21} = \frac{A}{12,5},$$

где A — массовая доля окиси гольмия в обогащенной окиси иттрия или окиси эрбия, %.

Массовую долю окисей тулия, иттербия, лютеция (X_{22}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{22} = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси эрбия, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2.1.

4.11. Анализ тулия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке диаметром 33 мм, заполненной сорбентом (150 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 96 мл 100% -ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 250 мл). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического тулия массой 0,88 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 5—6 мл 7 н.

соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 мл 1 н. соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 мл 3,5 н. соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее колонку промывают 3,5 н. соляной кислотой. Первые 150 мл элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 800 мл собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 мл. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие тулия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие тулий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат I). Затем через колонку пропускают 5 н. соляную кислоту. Первые 450 мл элюата собирают в стакан (раствор чистого тулия), далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие тулия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие тулий, переносят в испаритель и в дальнейшем упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 2600 мл 7 н. соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия;

в концентрате II — иттербия, лютеция.

В концентрат I добавляют 40 мг окиси иттрия или окиси тулия, в концентрат II — 20 мг окиси тулия, нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9. Полученные окиси иттрия и тулия, обогащенные примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, (X_{23}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{23} = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия или окиси тулия, %.

Массовую долю окисей иттербия, лютеция (X_{24}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{24} = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси тулия, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2,1.
4.12. Анализ иттербия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, лютеция

Концентраты примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке диаметром 33 мм, заполненной сорбентом (140 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 90 мл 100%-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 240 мл). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического иттербия массой 0,88 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 5—6 мл 7 н. соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода, нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 мл 4 н. соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 мл 5 н. соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее колонку промывают 5 н. соляной кислотой. Первые 150 мл элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 650 мл элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 мл. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие иттербия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие иттербий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат I). Затем через колонку пропускают 7 н. соляную кислоту. Первые 600 мл элюата собирают в стакан (раствор чистого иттербия), далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие иттербия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие иттербий, переносят в испаритель и в дальнейшем упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 1600 мл 7 н. соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия;

в концентрате II — окиси лютеция.

В концентрат I добавляют 40 мг окиси иттрия или окиси иттербия, в концентрат II — 20 мг окиси иттербия, нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9. Полученные окиси иттрия и иттербия, обогащенные примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия (X_{25}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{25} = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия или в окиси иттербия, %.

Массовую долю окиси тулия (X_{26}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{26} = \frac{A}{20},$$

где A — массовая доля окиси тулия в обогащенной окиси иттрия или окиси иттербия, %.

Массовую долю окиси лютеция (X_{27}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{27} = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси лютеция в обогащенной окиси иттербия, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2,1.

4.13. Анализ лютеция или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия

Концентрат примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке диаметром 42 мм, заполненной сорбентом (280 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 195 мл раствора 100%-ной ДЭГФК в толуоле, свободный объем сорбента 20 мл). Заполнение колонки см. п. 3.6.

Навеску металлического лютеция массой 0,88 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 5—6 мл 7 н. соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 мл 5 н. соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 мл 5 н. соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее колонку промывают 5 н. соляной кислотой. Первые 150 мл элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают. Следующие 1000 мл собирают в мерный цилиндр вместимостью 2000 мл. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие лютеция (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие лютеций, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат примесей РЗЭ). Затем через колонку пропускают 7 н. соляную кислоту. Первые 900 мл элюата собирают в стакан (раствор чистого лютеция), далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие лютеция (см. п. 3.8). Колонку промывают 7 н. соляной кислотой до полного удаления лютеция.

В концентрат примесей РЗЭ добавляют 40 мг окиси иттрия или окиси лютеция, нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9. Полученные окиси иттрия или лютеция, обогащенные примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия (X_{28}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{28} = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия или окиси лютеция, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2,1.

4.14. Анализ иттрия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия

Концентрат примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке диаметром 25 мм, заполненной сорбентом (50 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 30 мл 100%-ной ДЭЭГФК, свободный объем сорбента 80 мл). Заполнение колонки см. п. 3.6.

Навеску металлического иттрия массой 0,79 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 мл, добавляют 5—6 мл 7 н. соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 мл 2,5 н. соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7. Стакан, в котором растворялась проба, про-

мывают 15 мл 2,5 н. соляной кислоты. Далее колонку промывают 2,5 н. соляной кислотой. 85 мл элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 100 мл. Элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие иттрия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие иттрия, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат примесей РЗЭ). Затем через колонку пропускают 7 н. соляную кислоту. 250 мл элюата собирают в стакан (раствор чистого иттрия).

В концентрат примесей РЗЭ добавляют 20 мг окиси иттрия, нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по п. 3.9. Полученную окись иттрия, обогащенную примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия (X_{29}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{29} = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2,1.

4.15. Анализ иттрия или его окиси

Определение содержания окисей гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентрат примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке без водяной рубашки диаметром 32 мм, заполненной сорбентом (116 г силикагеля с размером зерна 0,1 мм + 70 мл ТБФ, свободный объем сорбента 190 мл). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического иттрия массой 0,79 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 100 мл, добавляют 5—6 мл 7 н. соляной кислоты, 0,5 мл перекиси водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, растворяют в 60 мл 0,8 М раствора роданистого аммония и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку, предварительно промытую 800 мл дистиллированной воды до рН 4,4 и 300 мл 0,8 М раствора роданистого аммония. Техника работы на колонке по п. 3.7. Выделение концентрата примесей РЗЭ проводят при комнатной температуре.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 60 мл 0,8 М раствора роданистого аммония. Далее колонку промывают 0,3 М раствором роданистого аммония. Первые 400 мл, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают. Элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых оп-

ределяют наличие иттрия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие иттрий, отбрасывают. 440 мл элюата собирают в стакан (раствор чистого иттрия), затем элюат собирают в пробирки порциями по 10 мл, в каждой из которых определяют наличие иттрия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие иттрий, переносят в испаритель и в дальнейшем упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 300 мл 1 н. соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 мл и переносят в стакан вместимостью 50 мл (концентрат примесей РЗЭ).

В концентрат примесей РЗЭ добавляют 20 мг окиси иттрия, нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по п. 3.9. Полученную окись иттрия, обогащенную примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция (X_{30}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{30} = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия, %.

Допускаемые расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должно превышать 2,1.

ение № 2 ГОСТ 23862.7—79 Редкоземельные металлы и их окиси. Химико-
ральные методы определения примесей окисей редкоземельных элементов
ждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета
по управлению качеством продукции и стандартам от 17.05.90 № 1203

Дата введения 01.01.91

Во всему тексту стандарта заменить обозначение концентрации: М на
дм³.

Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 2165—78 на ГОСТ 4165—78, ГОСТ
8625—77 на ГОСТ 2405—88, ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87; исключить
ссылку: ГОСТ 10696—75.

Раздел 5. Заменить слова: «Метод I» на «Метод II».

(ИУС № 8 1990 г.)