# ГОСТ 23862.17-79 Празеодим и его окись. Метод определения примесей окисей редкоземельных элементов (с Изменениями N 1, 2)

ГОСТ 23862.17-79

Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРАЗЕОДИМ И ЕГО ОКИСЬ

Метод определения примесей окисей редкоземельных элементов

Praseodymium and its oxide. Method of determination of rare-earth element oxides

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Дата введения 1981-01-01

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. N 3989 дата введения установлена 01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу N 7-95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-95)

ИЗДАНИЕ с Изменениями N 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., мае 1990 г. (ИУС 7-85, 8-90).

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 3·10 нейтр/см·с с последующим измерением активности радиоактивных изотопов элементов.

Интервалы определяемых массовых долей примесей окисей:

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| лантана | от 1·10% до 1·10% |
| церия | от 1·10% до 1·10% |
| неодима | от 1·10% до 1·10% |
| самария | от 3·10% до 5·10% |

(Измененная редакция, Изм. N 1).

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 ·10 нейтр/см·с и отношением тепловых нейтронов к быстрым 10:1.

Гамма-спектрометр полупроводниковый, состоящий из многоканального анализатора АИ-4096, блоков усиления сигналов, полупроводникового германий-литиевого детектора объемом 60 см с фотоэффективностью регистрации гамма-линии кобальта-57 не менее 0,8-1,0%. Разрешение спектрометра по гамма-линии цезия-137 (0,682 МэВ) - (3-4) кэВ.

Гамма-источники образцовые спектрометрические (ОСГИ) по ГОСТ 8.315-97.

Средства индивидуальной защиты от излучения и загрязнений радиоизотопами согласно требованиям ОСП-72\*.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Действуют СП 2.6.1.799-99, здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

Радиометр "ТИСС" или аналогичный.

Контейнер свинцовый транспортный марки КЛ-7.

Контейнер настольный марки КТ.

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

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463-79.

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

Ступка и пестик из органического стекла.

Пленка полиэтиленовая.

Бюксы стеклянные тип СВ24/10.

Пипетки на 0,1 см.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, концентрированная, 6 моль/дм.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87.

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

**3.1. Приготовление образцов сравнения**

Образцы сравнения (ОС) готовят смешиванием порошкового графита 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 графита порошкового и по 100 мг свежепрокаленных окисей лантана и самария (для ОСЛС 1) или по 100 мг свежепрокаленных окисей церия и неодима (для ОСЦН 1). Содержимое перемешивают в течение 60 мин, добавляя спирт до кашицеобразного состояния массы. После окончания перемешивания смесь сушат в сушильном шкафу при температуре 100-110 °С 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 порошковым графитом, повторяя каждый раз процедуру перемешивания 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 порошкового графита и предыдущего образца сравнения указаны в табл.1.

Таблица 1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |
|  |  | Масса навески, г |
| Обозначение образца | Массовая доля каждой из определяемых примесей в расчете на содержание окисей в смеси окисей и порошковый графит, % | порошкового графита | предыдущего образца (в скобках указано его обозначение) |
| ОСЛС 1 | 10 | - | - |
| ОСЛС 2 | 1,0 | 1,004 | 0,112 (ОСЛС 1) |
| ОСЛС 3 | 1·10 | 1,046 | 0,116 (ОСЛС 2) |
| ОСЛС 4 | 1·10 | 1,458 | 0,162 (ОСЛС 3) |
| ОСЛС 5 | 5·10 | 0,620 | 0,620 (ОСЛС 4) |
| ОСЛС 6 | 1·10 | 0,960 | 0,240 (ОСЛС 5) |
| ОСЛС 7 | 2·10 | 0,800 | 0,200 (ОСЛС 6) |
| ОСЦН 1 | 10 | - | - |
| ОСЦН 2 | 1,0 | 1,004 | 0,112 (ОСЦН 1) |
| ОСЦН 3 | 1·10 | 1,046 | 0,116 (ОСЦН 2) |
| ОСЦН 4 | 1·10 | 1,440 | 0,160 (ОСЦН 3) |
| ОСЦН 5 | 5·10 | 0,600 | 0,600 (ОСЦН 4) |
| ОСЦН 6 | 1·10 | 0,800 | 0,200 (ОСЦН 5) |

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску анализируемой окиси празеодима массой 10 мг смешивают с 90 мг порошкового графита, 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 3·10 нейтр/см·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 полиэтиленовые 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 см 6 моль/дм 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 (487 кэВ), церия - по церию-141 (144 кэВ), неодима - по неодиму-147 (91 кэВ), самарий - по самарию-153 (103 кэВ).

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

,

где  - интенсивность излучения в -ом канале, имп/мин;

,  - интенсивность излучения (минимальная) справа и слева от пик, имп/мин.

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 () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - массовая доля определяемой примеси в образце сравнения, %;

 - масса образца сравнения, мг;

 - масса навески анализируемой пробы в расчете на окись, мг;

 - площадь основного фотопика примеси в спектре пробы, имп;

 - площадь основного фотопика примеси в спектре образца сравнения, имп.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

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

Таблица 2

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |
| Массовая доля окисей лантана, церия, неодима, % | Допускаемое расхождение, % | Массовая доля окиси самария, % | Допускаемое расхождение, % |
| 1·10 | 4·10 | 3·10 | 1,5·10 |
| 1·10 | 2·10 | 1·10 | 4·10 |
|  |  | 5·10 | 2·10 |