

## ПРАЗЕОДИМ И ЕГО ОКИСЬ

Метод определения примесей окисей редкоземельных элементов

ГОСТ  
23862.17—79Praseodymium and its oxide.  
Method of determination of rare-earth element oxidesМКС 77.120.99  
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

**01.01.81**

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

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/см<sup>2</sup> · с с последующим измерением активности радиоактивных изотопов элементов.

Интервалы определяемых массовых долей примесей окисей:

|         |  |
|---------|--|
| лантана | от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1\kappa 10^{-2}$ %  |
| церия   | от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1\kappa 10^{-2}$ %  |
| неодима | от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1\kappa 10^{-2}$ %  |
| самария | от $3 \cdot 10^{-4}$ % до $5\kappa 10^{-3}$ %. |

(Измененная редакция, Изм. № 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  $n \cdot 10^{13}$  нейтр/см<sup>2</sup> · 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<sup>3</sup> 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—97.

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.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., мае 1990 г. (ИУС 7—85, 8—90).

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<sup>3</sup>.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, концентрированная, 6 моль/дм<sup>3</sup>.

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 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 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.

Т а б л и ц а 1

| Обозначение образца | Массовая доля каждой из определяемых примесей в расчете на содержание окисей в смеси окисей и порошковый графит, % | Масса навески, г    |   |
|---------------------|--|---------------------|---|
|                     |  | порошкового графита | предыдущего образца (в скобках указано его обозначение) |
| ОСЛС 1              | 10   | —                   | —   |
| ОСЛС 2              | 1,0  | 1,004               | 0,112 (ОСЛС 1)  |
| ОСЛС 3              | $1 \cdot 10^{-1}$  | 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 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.

### С. 3 ГОСТ 23862.17—79

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/см<sup>2</sup> · 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<sup>3</sup> 6 моль/дм<sup>3</sup> 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), самарий — 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;

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.

$S$  — площадь основного фотопика примеси в спектре пробы, имп;

$S_0$  — площадь основного фотопика примеси в спектре образца сравнения, имп.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

Т а б л и ц а 2

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