Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРАЗЕОДИМ И ЕГО ОКИСЬ

Метод определения примесей окисей редкоземельных элементов

ГОСТ 23862.17—79

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

МКС 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$^2 \cdot$с с последующим измерением активности радиоактивных изотопов элементов.

Интервалы определяемых массовых долей примесей окисей:

лантана	от $1 \cdot 10^{-3}$ % до 1к 10^{-2} %
церия	от $1 \cdot 10^{-3}$ % до 1к 10^{-2} %
неодима	от $1 \cdot 10^{-3}$ % до 1к 10^{-2} %
самария	от $3 \cdot 10^{-4}$ % до 5к 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$^2 \cdot$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^3 с фотоэффективностью регистрации гамма-линии кобальта-57 не менее 0,8—1,0 %. Разрешение спектрометра по гамма-линии цезия-137 (E_γ = 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).

gost.e-ecolog.ru

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 $см^3$.
Окиси лантана, церия, неодима и самария чистотой не менее 99,99 %.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, концентрированная, 6 $моль/дм^3$.
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

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.

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$^2 \cdot$ 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^3 6 моль/дм^3 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_γ = 487 кэВ), церия — по церию-141 (E_γ = 144 кэВ), неодима — по неодиму-147 (E_γ = 91 кэВ), самарий — по самарию-153 (E_γ = 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 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 (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.

Таблица 2

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

gost.e-ecolog.ru