

## РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКИСИ

Химико-спектральные методы определения примесей окисей  
редкоземельных элементовГОСТ  
23862.7—79Rare-earth metals and their oxides. Chemical-spectral method of determination of  
impurities in oxides of rare-earth elementsМКС 77.120.99  
ОКСТУ 1709Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3988 дата введения  
установлена01.01.81Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации,  
метрологии и сертификации (ИУС 11—95)Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральные методы определения примесей окисей  
редкоземельных элементов (методы I и II) в редкоземельных металлах и их окисях (кроме  
празеодима и его окиси).Метод I основан на экстракционно-хроматографическом концентрировании редкоземельных  
примесей с последующим спектральным анализом полученных концентратов; метод II — на кон-  
центрировании редкоземельных примесей осаждением их гидроокисей аммиаком после восстано-  
вления европия с последующим спектральным анализом полученных концентратов.

Интервал определяемых массовых долей примесей окисей для метода I:

в л а н т а н е и е г о о к и с и:

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

в ц е р и и и е г о д в у о к и с и:

коллектор окись иттрия		коллектор двуокись церия	
лантана	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $2\text{м}10^{-2}$ %	от $4 \cdot 10^{-4}$ % до $2\text{м}10^{-2}$ %	
празеодима	от $2 \cdot 10^{-4}$ % до $5\text{м}10^{-2}$ %	от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $5\text{м}10^{-2}$ %	
неодима	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $5\text{м}10^{-2}$ %	от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $5\text{м}10^{-2}$ %	
самария	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $5\text{м}10^{-2}$ %	от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $5\text{м}10^{-2}$ %	
европия	от $2 \cdot 10^{-4}$ % до $2\text{м}10^{-2}$ %	от $4 \cdot 10^{-4}$ % до $2\text{м}10^{-2}$ %	

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

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

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

## в неодиме и его окиси:

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

## в европии и его окиси:

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



### С. 3 ГОСТ 23862.7—79

#### В гадолинии и его окиси:

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

коллектор окись лютеция	
тербия	от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
диспрозия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
гольмия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
эрбия	от $1 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
иттрия	от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %

#### в тербии и его окиси:

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

#### в диспрозии и его окиси:

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

## В ГОЛЬМИИ И ЕГО ОКИСИ:

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

## В ЭРБИИ И ЕГО ОКИСИ:

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

## 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 $2\text{м}10^{-3} \%$
церия	от $4 \cdot 10^{-4} \%$ до $2\text{м}10^{-2} \%$		от $8 \cdot 10^{-4} \%$ до $2 \cdot 10^{-2} \%$
празеодима	от $4 \cdot 10^{-4} \%$ до $1\text{м}10^{-2} \%$		от $4 \cdot 10^{-4} \%$ до $1\text{м}10^{-2} \%$
неодима	от $2 \cdot 10^{-4} \%$ до $1\text{м}10^{-2} \%$		от $4 \cdot 10^{-4} \%$ до $1\text{м}10^{-2} \%$
самария	от $2 \cdot 10^{-4} \%$ до $2\text{м}10^{-2} \%$		от $8 \cdot 10^{-4} \%$ до $2\text{м}10^{-2} \%$
европия	от $4 \cdot 10^{-4} \%$ до $5\text{м}10^{-3} \%$		от $2 \cdot 10^{-4} \%$ до $5\text{м}10^{-3} \%$
гадолия	от $8 \cdot 10^{-5} \%$ до $2\text{м}10^{-3} \%$		от $8 \cdot 10^{-5} \%$ до $2\text{м}10^{-3} \%$
тербия	от $2 \cdot 10^{-4} \%$ до $1\text{м}10^{-2} \%$		от $4 \cdot 10^{-4} \%$ до $2 \cdot 10^{-2} \%$
диспрозия	от $8 \cdot 10^{-5} \%$ до $2\text{м}10^{-2} \%$		от $8 \cdot 10^{-4} \%$ до $2 \cdot 10^{-2} \%$
гольмия	от $8 \cdot 10^{-5} \%$ до $1\text{м}10^{-2} \%$		от $4 \cdot 10^{-4} \%$ до $1 \cdot 10^{-2} \%$
эрбия	от $4 \cdot 10^{-5} \%$ до $1\text{м}10^{-2} \%$		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 $1\text{м}10^{-2} \%$
иттрия			от $2 \cdot 10^{-4} \%$ до $5\text{м}10^{-3} \%$

## 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 $5\text{м}10^{-3} \%$
церия	от $4 \cdot 10^{-4} \%$ до $2\text{м}10^{-2} \%$		от $8 \cdot 10^{-4} \%$ до $2 \cdot 10^{-2} \%$
празеодима	от $4 \cdot 10^{-4} \%$ до $2\text{м}10^{-2} \%$		от $8 \cdot 10^{-4} \%$ до $2\text{м}10^{-2} \%$
неодима	от $2 \cdot 10^{-4} \%$ до $5\text{м}10^{-3} \%$		от $2 \cdot 10^{-4} \%$ до $5\text{м}10^{-3} \%$
самария	от $2 \cdot 10^{-4} \%$ до $1\text{м}10^{-2} \%$		от $4 \cdot 10^{-4} \%$ до $1\text{м}10^{-2} \%$
европия	от $4 \cdot 10^{-4} \%$ до $1\text{м}10^{-2} \%$		от $4 \cdot 10^{-4} \%$ до $1\text{м}10^{-2} \%$
гадолия	от $8 \cdot 10^{-5} \%$ до $5\text{м}10^{-3} \%$		от $2 \cdot 10^{-4} \%$ до $5 \cdot 10^{-3} \%$
тербия	от $2 \cdot 10^{-4} \%$ до $2\text{м}10^{-2} \%$		от $8 \cdot 10^{-4} \%$ до $2 \cdot 10^{-2} \%$



## С. 5 ГОСТ 23862.7—79

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

### 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 $5 \cdot 10^{-2} \%$	
гадолиния	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 $1 \cdot 10^{-3} \%$	
иттрия		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 $1 \cdot 10^{-3} \%$

Интервал определяемых массовых долей для метода II:

в окиси европия:

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

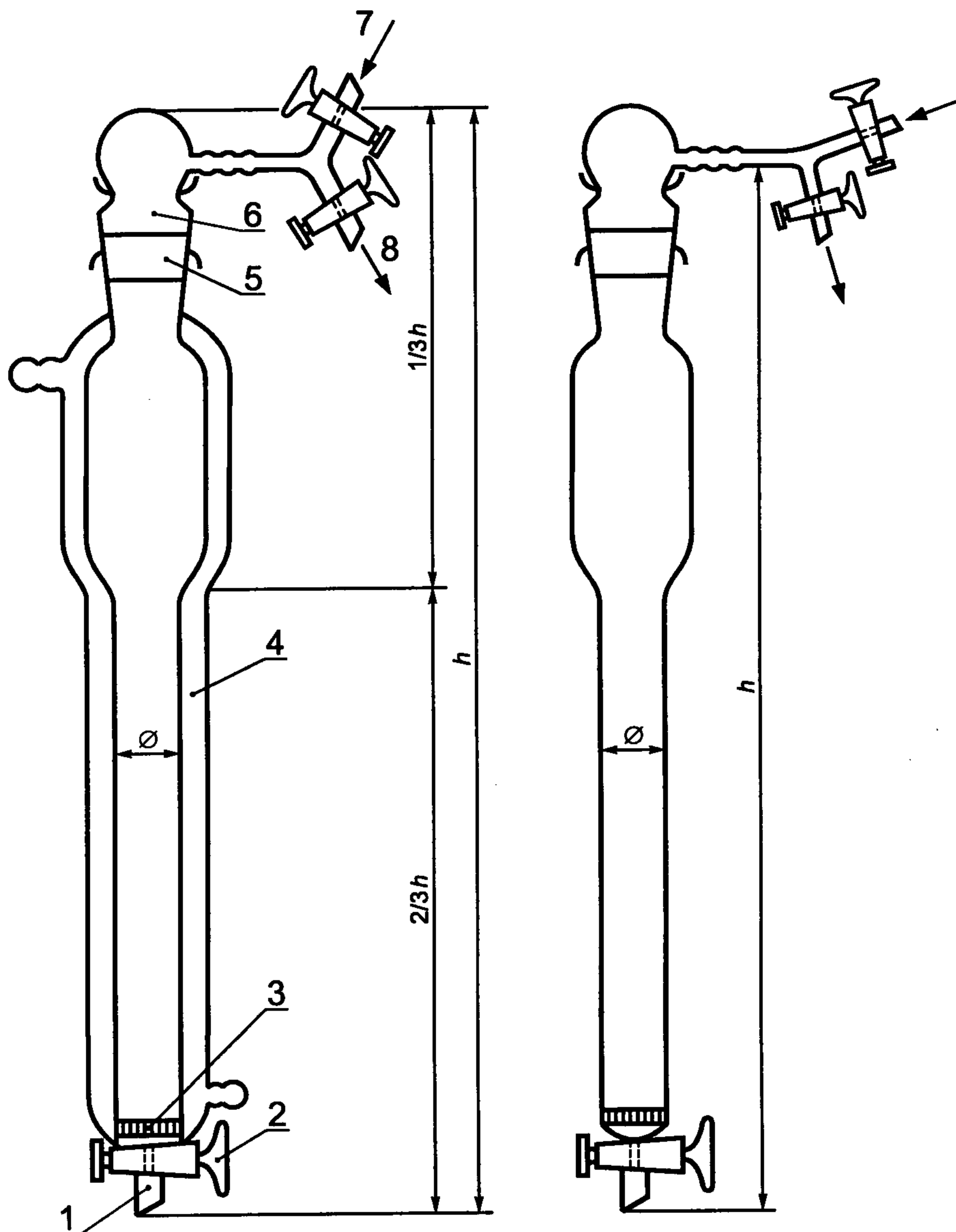
## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

## М е т о д I

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Колонки хроматографические из молибденового стекла (черт. 1) высотой 600—800 мм двух типов: колонки с водяной рубашкой; колонки без водяной рубашки. Схемы колонок приведены на черт. 1.



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

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  $200^\circ\text{C}$ .

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до  $1000^\circ\text{C}$ .

Мотор швейный ДШС-2.

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.

**С. 7 ГОСТ 23862.7—79**

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—3, 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.

Графит порошок особой чистоты по ГОСТ 23463—79.

Тигли фарфоровые.

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 2405—88 на 1—4 кгс/см<sup>2</sup>.

Насос водоструйный лабораторный стеклянный.

Воронки делительные вместимостью 2000 см<sup>3</sup>.

Воронка Бюхнера диаметром 132 мм.

Бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Цилиндры стеклянные вместимостью 1000 см<sup>3</sup> с притертой пробкой.

Колба стеклянная вместимостью 1000 см<sup>3</sup> с обратным холодильником.

Колбы мерные вместимостью 100, 1000 см<sup>3</sup>.

Стаканы химические вместимостью 50, 100, 200, 500, 2000, 3000 см<sup>3</sup>.

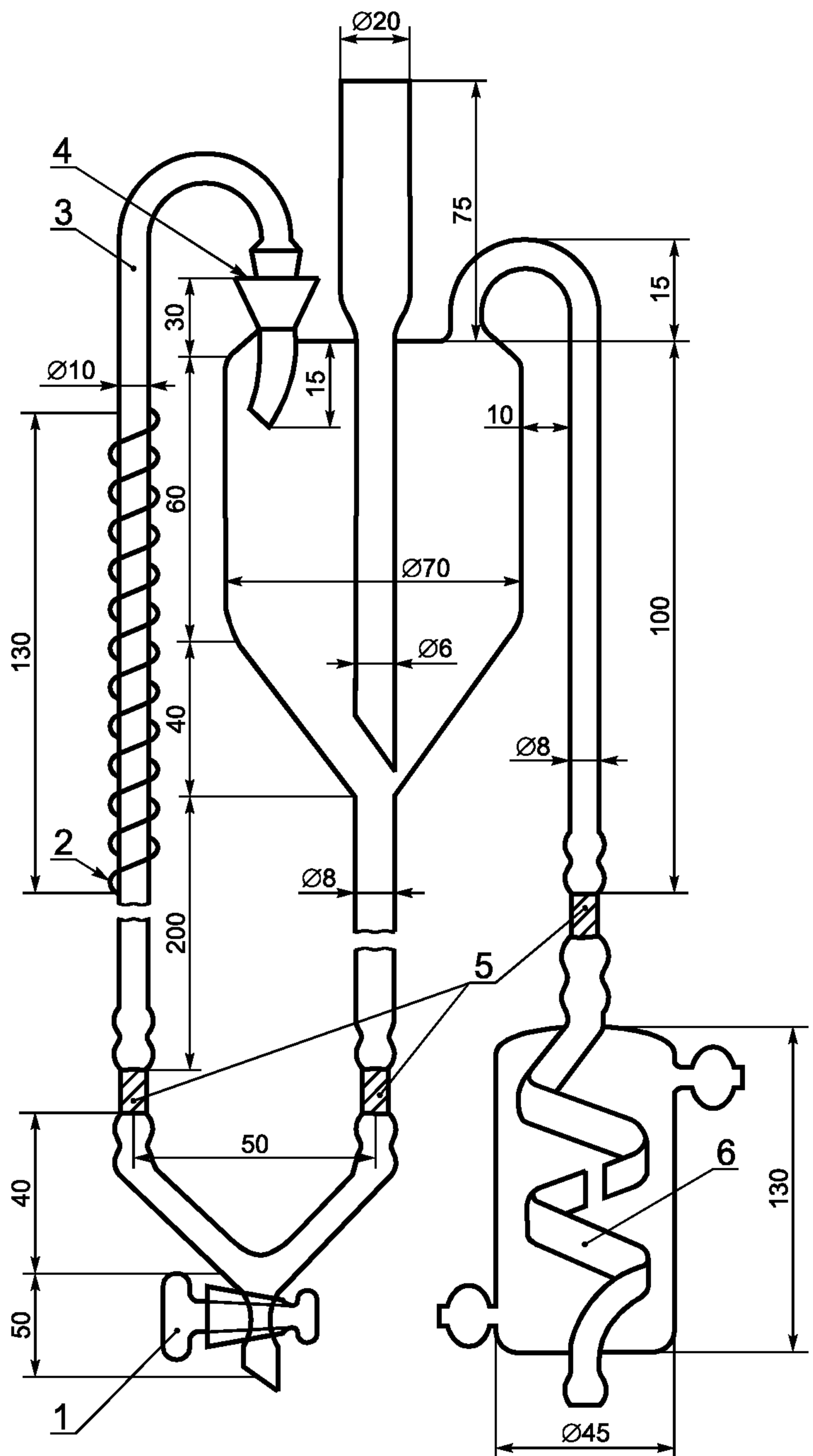
Мешалка стеклянная пропеллерная.

Прибор стеклянный для перегонки с колбой Вюрца вместимостью 500, 1000 см<sup>3</sup>.

Чашки фарфоровые диаметром 210 мм.

Пробки резиновые.

Пленка полиэтиленовая.



1 — кран вакуумный; 2 — спираль из никрома с диаметром проволоки 0,4 мм и длиной проволоки 3000 мм; 3 — трубка кварцевая; 4 — шлиф; 5 — соединения хлорвиниловыми трубками; 6 — холодильник с 6 витками

Черт. 2



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.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

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

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—76, х. ч., раствор с концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор с концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 0,1; 0,5; 1; 2 моль/дм<sup>3</sup> растворы.

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

0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор (16,8 г растворяют в 1000 см<sup>3</sup> воды); готовят в день употребления.

0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор в 3,5 моль/дм<sup>3</sup> растворе азотной кислоты; готовят в день употребления.

0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор в 7 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоте; готовят в день употребления.

Азот газообразный по ГОСТ 9293—74.

Аммоний роданистый 0,3; 0,8 моль/дм<sup>3</sup> растворы с рН 4,7.

Арсенazo-III, раствор с концентрацией 0,2 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., концентрированная, 0,01; 0,1; 0,3; 0,4; 0,5; 0,8; 1; 1,1; 1,2; 1,5; 2; 2,2; 2,4; 2,5; 3; 4; 5; 7 моль/дм<sup>3</sup> титрованные растворы.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., 15; 7; 3,5; 2; 0,3; 0,1; 0,01 моль/дм<sup>3</sup> растворы.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, х. ч., концентрированный, раствор с концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76.

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

Д2ЭГФК 100 %-ную 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 ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

Диметилдихлорсилан.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

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

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Этиленгликоль по ГОСТ 10164—75.

Кислота аскорбиновая, раствор с концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup> в 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоте; готовят в день употребления.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Очистка технической Д2ЭГФК

В стакан вместимостью 2000 см<sup>3</sup> помещают 500 см<sup>3</sup> технической Д2ЭГФК, добавляют 250 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, выдерживают в течение 5—6 ч в водяной бане при 80 °С, перемешивая механической мешалкой. Смесь переносят в делительную воронку и после расслаивания отделяют водный слой (нижний). Органическую фазу промывают 4 раза водным раствором хлористого натрия, порциями по 700 см<sup>3</sup>, добавляют 500 см<sup>3</sup> этилового эфира, 600 см<sup>3</sup> 3 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия и осторожно перемешивают. Затем прибавляют 500 см<sup>3</sup> раствора хлористого



## С. 9 ГОСТ 23862.7—79

натрия и снова перемешивают. После отделения водного слоя (нижнего) органическую фазу дважды промывают 1 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроокиси натрия порциями по 750 см<sup>3</sup> и один раз 750 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия. После этого органическую фазу промывают 3 раза раствором хлористого натрия порциями по 500 см<sup>3</sup>.

К органической фазе прибавляют 1200 см<sup>3</sup> раствора сульфата меди и перемешивают до окрашивания органической фазы в темно-синий цвет. После расслаивания фазы разделяют. Органическую фазу (верхнюю) переносят в стакан вместимостью 3000 см<sup>3</sup>, добавляют 1500 см<sup>3</sup> ацетона, перемешивают механической мешалкой. Полученный осадок отфильтровывают через воронку Бюхнера и промывают его 4 раза ацетоном, порциями по 100 см<sup>3</sup>. Промытый осадок переносят в стакан вместимостью 2000 см<sup>3</sup>, добавляют 700 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 300 см<sup>3</sup> этилового эфира и перемешивают стеклянной палочкой. После растворения осадка содержимое стакана переносят в делительную воронку и после расслаивания отделяют водный слой (нижний).

Органическую фазу в воронке промывают 3 раза 1 моль/дм<sup>3</sup> раствором соляной кислоты порциями по 100 см<sup>3</sup>, 5 раз раствором хлористого натрия порциями по 100 см<sup>3</sup>, 6 раз этиленгликолем порциями по 200 см<sup>3</sup> и 4 раза раствором хлористого натрия порциями по 100 см<sup>3</sup>.

Органическую фазу переносят в перегонный аппарат и отгоняют эфир и воду при 40 °С и разрежении, создаваемом водоструйным насосом.

Чистоту полученной Д2ЭГФК проверяют потенциометрическим титрованием. На титрование берут 1 г Д2ЭГФК, разбавляют 15 см<sup>3</sup> этилового спирта и титруют 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроокиси натрия. На кривой титрования должен быть один скачок потенциала. Если наблюдаются два скачка потенциала, необходимо повторить очистку экстрагента этиленгликолем.

Массовую долю Д2ЭГФК в процентах вычисляют по формуле

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

где  $V$  — количество раствора гидроокиси натрия, израсходованное на титрование, см<sup>3</sup>;

$M$  — молярность раствора гидроокиси натрия.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 3.2. Очистка улучшенной Д2ЭГФК

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

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

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

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

### 3.3. Очистка ТБФ

В стакан вместимостью 2000 см<sup>3</sup> помещают 500 см<sup>3</sup> ТБФ и 500 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и выдерживают при 60 °С, перемешивая растворы механической мешалкой. Температуру поддерживают нагреванием в водяной бане. Смесь переносят в делительную воронку вместимостью 2000 см<sup>3</sup>, после расслаивания фаз водный слой (нижний) отбрасывают и промывают органическую фазу два раза дистиллированной водой порциями по 500 см<sup>3</sup>, три раза раствором углекислого натрия порциями по 500 см<sup>3</sup>, и три раза водой порциями по 500 см<sup>3</sup>.

Очищенный ТБФ переносят в перегонный аппарат и отгоняют воду и бутиловый спирт при 40 °С 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 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой и дистиллированной водой до pH 7 (контроль ведут по универсальной индикаторной бумаге). Отмытый силикагель высушивают в сушильном шкафу при 150 °С. 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 °С в течение 1 ч. Горячий силикагель переносят в сухую колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> с обратным холодильником, добавляют 250 см<sup>3</sup> смеси диметилдихлорсилана с четыреххлористым углеродом и кипятят 3 ч при нагревании в водяной бане, поддерживая в водяной бане температуру 80 °С. Силикагель отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают 2—3 раза четыреххлористым углеродом порциями по 100 см<sup>3</sup> и два раза ацетоном порциями по 100 см<sup>3</sup>. Промытый силикагель переносят в фарфоровую чашку и высушивают в сушильном шкафу при 60 °С в течение 1 ч, а затем при 120 °С — 2—3 ч.

### 3.5. Приготовление сорбента

Сорбент получают, пропитывая порции гидрофобизированного силикагеля экстрагентом Д2ЭГФК или ТБФ. 40 г силикагеля помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют по каплям из бюретки, при тщательном перемешивании стеклянной палочкой, 24 см<sup>3</sup> экстрагента. Сорбент должен быть сухим, порошкообразным предварительно выдержанным не менее 7 сут.

### 3.6. Заполнение колонки и подготовка ее к работе

Сорбент помещают в колбу Бунзена вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 200 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, нагретой до 60 °С, помещают в водяную баню, поддерживая температуру 60 °С, закрывают резиновой пробкой, подключают к водоструйному насосу и выдерживают при разрежении до полного осаждения сорбента. Затем сорбент взмучивают и полученную суспензию количественно переносят в стеклянную хроматографическую колонку. В закрытой колонке создают избыточное давление  $0,2 \cdot 10^5$  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 раствором аскорбиновой кислоты объемом, равным трем свободным объемам колонки и затем 0,1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой, объемом, равным двум свободным объемам колонки. Свободные объемы колонок приведены в разд. 4.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 3.7. Техника работы на хроматографической колонке

Выделение концентрата примесей из церия и его двуокиси и концентрата примесей средних и тяжелых РЗЭ из иттрия и его окиси проводят в колонках без водяной рубашки при комнатной температуре.

Выделение концентратов примесей РЗЭ из остальных редкоземельных металлов и их окисей проводят в колонках с водяной рубашкой при температуре 40 °С. Температуру поддерживают термостатированной водой. Все растворы заливают в колонку сверху. Растворы, которые пропускают через колонку с водяной рубашкой, предварительно нагревают до 50—60 °С. 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 элюанте объемом, равным свободному объему колонки. После окончания разделений колонку промывают 0,1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой объемом, равным свободному объему колонки. Если перед выделением концентрата примесей всех РЗЭ на колонке выделяли концентрат примесей не



## С. 11 ГОСТ 23862.7—79

всех РЗЭ, то после окончания разделения перед промывкой колонки 0,1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой ее промывают 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой объемами, указанными в соответствующих подпунктах для элюирования всех РЗЭ. Растворы пропускают через колонку со скоростью, вычисленной по формуле

$$v = 0,65 \cdot d^2,$$

где  $v$  — скорость пропускания раствора через колонку, см<sup>3</sup>/мин;

$d$  — внутренний диаметр колонки, см.

При подготовке колонки к работе по п. 3.6, промывании ее перед началом и после окончания разделений, а также при выделении концентратов примесей РЗЭ, элюирующихся после элемента основы, допускается увеличение скорости пропускания растворов в два раза. Скорость пропускания растворов поддерживают давлением, создаваемым азотом из баллона или сжатым воздухом. Для этого в колонку подают избыточное давление, которое не должно превышать  $0,5 \cdot 10^5$  Па.

### 3.8. Выделение концентрата примесей РЗЭ

Концентраты примесей получают, пропуская через экстракционно-хроматографическую колонку раствор анализируемой пробы, с последующим отдельным элюированием примесей и основы элюантами, составы которых приведены в методиках анализа исследуемых основ.

Наличие элемента основы в отдельных фракциях элюата, отобранных по пп. 4.1—4.15, устанавливают 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 ацетана 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 см<sup>3</sup> (концентрат примесей) (пп. 4.1—4.15).

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 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 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и раствор фильтруют через фильтр с синей лентой, собирая фильтрат в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Фильтр промывают 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, промывной раствор собирают в стакан с фильтратом. Растворы перемешивают, нагревают до кипения и добавляют 10 см<sup>3</sup> 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 °С. 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 — ГОСТ 23862.9—79, ГОСТ 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, ГОСТ 23862.8—79, ГОСТ 23862.9—79.

Расхождения между результатами анализа не должны превышать допустимых расхождений, приведенных в ГОСТ 23862.1—79, ГОСТ 23862.8—79, ГОСТ 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 элюаты, составы и объемы которых приведены в методиках анализа исследуемых основ. Элюаты упаривают и анализируют, как концентраты. При наличии определяемых элементов в элюатах, сорбент в колонке промывают раствором 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты объемом, равным 4—5 свободным объемам сорбента и повторяют контрольный опыт.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

##### 4.1. Анализ лантана или его окиси

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

Концентрат примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке. Внутренний диаметр колонки 16 мм. Колонка заполнена сорбентом (25 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 15 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 40 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки по п. 3.6.

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

Порции элюата, не содержащие лантан, переносят в мерный цилиндр вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Через колонку пропускают 450 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, собирая элюат в тот же мерный цилиндр. Элюат переносят в испаритель, упаривают до объема 15—20 см<sup>3</sup>, переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> — 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 и иттрия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допустимого расхождения, равного 2.1.

4.1.2. Определение массовых долей окисей церия, празеодима, неодима, самария, диспрозия и эрбия

Концентрат примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке (размеры колонки приведены в п. 4.1.1). Заполнение колонки — по п. 3.6.

Навеску металлического лантана массой 0,85 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 6—8 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоты и нагревают до растворения. Раствор упаривают досуха. Нитраты РЗЭ растворяют в 50 см<sup>3</sup> 0,01 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на экстракционно-хроматографической колонке по п. 3.7. стакан, в котором растворялась проба, промывают 50 см<sup>3</sup> 0,3 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку, затем через колонку пропускают 0,3 моль/дм<sup>3</sup> азотную кислоту. Первые 100 см<sup>3</sup> элюата отбрасывают, далее собирают 100 см<sup>3</sup> элюата (раствор лантана) в мерный цилиндр и затем собирают элюат в пробирки порциями по 5 см<sup>3</sup>, в каждой из которых определяют наличие лантана по п. 3.8.



## С. 13 ГОСТ 23862.7—79

Порции элюата, не содержащие лантан, переносят в мерный цилиндр вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Через колонку пропускают 150 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоты, собирая элюат в тот же мерный цилиндр. Элюат переносят в испаритель, упаривают до объема 15—20 см<sup>3</sup> и переносят в тигель (концентрат редкоземельных примесей). К концентрату примесей РЗЭ добавляют 30 мг окиси иттрия, упаривают досуха на электроплитке, прокачивают в муфельной печи при температуре 900 °С в течение 1 ч. Полученную окись иттрия, обогащенную определяемыми примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по п. 4.16.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать для окисей церия, празеодима, неодима, самария, диспрозия значения допускаемого расхождения, равного 2,2 для окиси эрбия значения — 3.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

### 4.2. Анализ церия или его двуокиси

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

Концентрат примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке. Внутренний диаметр колонки 29 мм. Колонка заполнена сорбентом (42 г силикагеля с размером зерна 0,1 мм + 25 см<sup>3</sup> ТБФ, свободный объем сорбента 60 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки см. п. 3.6.

Навеску металлического церия массой 1,62 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 30 см<sup>3</sup> 15 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоты и нагревают до полного растворения пробы.

Навеску двуокиси церия массой 2 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, смачивают несколькими каплями дистиллированной воды, добавляют 5—6 капель фтористоводородной кислоты, 30 см<sup>3</sup> 15 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоты и растворяют при нагревании.

Раствор пробы упаривают до объема 15 см<sup>3</sup>, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 30 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора бромноватокислого калия в воде и пропускают через колонку, предварительно промытую 100 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора бромноватокислого калия в 7 моль/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора бромноватокислого калия в 3,5 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоте. Промывной раствор пропускают через колонку. Элюат собирают в мерный цилиндр вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Через колонку пропускают 70 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора бромноватокислого калия в 3,5 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоте, собирая элюат в тот же цилиндр. Собирают 120 см<sup>3</sup> элюата (включая объем пробы и промывного раствора). Элюат упаривают в испарителе до объема 20 см<sup>3</sup>, переносят в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> (концентрат примесей РЗЭ). Через колонку пропускают 100 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 100 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и 100 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюаты собирают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup> (раствор чистого церия). Через колонку пропускают 100 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат отбрасывают. К концентрату РЗЭ добавляют 40 мг окиси иттрия или двуокиси церия и нагревают до растворения. Раствор упаривают до объема 2 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 25 см<sup>3</sup> и нейтрализуют концентрированным аммиаком. После появления осадка добавляют избыток аммиака 0,5 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9. Полученную окись иттрия 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 и иттрия ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 2,1.

### 4.3. Анализ неодима или его окиси

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



Концентраты примесей получают в экстракционно-хроматографической колонке. Внутренний диаметр колонки — 30 мм. Колонка заполнена сорбентом (130 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм+80 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 215 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки см. п. 3.6.

Навеску металлического неодима массой 0,86 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 6—8 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода нагревают до полного растворения и упаривают досуха. Хлориды РЗЭ растворяют в 30 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и пропускают через колонку. Техника работы на экстракционно-хроматографической колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Затем через колонку пропускают 600 см<sup>3</sup> 0,4 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Первые 100 см<sup>3</sup> элюата, включая объемы раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 360 см<sup>3</sup> элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Далее элюат собирают порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> (концентрат I). После того, как в элюате будет обнаружен неодим, через колонку пропускают 1 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. 200 см<sup>3</sup> элюата собирают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> (раствор чистого неодима). Элюат собирают порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup> (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 и иттрия.

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 и иттрия ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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

Допускается определение примесей только окисей лантана, церия, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия и иттрия. Для этого выделяют концентрат I и затем, после выделения неодима 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой (см. выше), получают концентрат II *a*, пропуская через колонку 500 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Концентрат II *a*, содержащий самарий, европий, гадолий, тербий, диспрозий, гольмий, эрбий и иттрий, подготавливают к спектральному анализу и анализируют так же, как концентрат II.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 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 и иттрия

Концентрат примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке. Внутренний диаметр колонки — 30 мм. Колонка заполнена сорбентом (115 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 70 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 187 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического самария массой 0,86 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 6—8 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Раствор пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Затем через колонку пропускают 1 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. Первые 80 см<sup>3</sup> элюата, включая объем раствора анализируемой пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 70 см<sup>3</sup> элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Затем элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат I). После того, как в порции элюата будет обнаружен самарий, следующие 100 см<sup>3</sup> элюата собирают в стакан — раствор чистого самария. Затем элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup> и раствор переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат II).

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

в концентрате II — окисей европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция и иттрия.

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, лютеция и иттрия ( $X_6$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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

Допускается определение примесей только окисей лантана, церия, празеодима, неодима, европия, гадолиния. Для этого выделяют концентрат I и затем после выделения самария 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой (см. выше) получают концентрат II *a*, пропуская через колонку 300 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Концентрат II *a*, содержащий европий и гадолиний, подготавливают к спектральному анализу и анализируют так же, как концентрат II.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 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 и иттрия



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 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 240 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического европия массой 0,86 г или 1 г окиси европия помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 6—10 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают почти досуха, растворяют в 30 см<sup>3</sup> 0,8 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и пропускают через колонку. Техника работы на экстракционно-хроматографической колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 см<sup>3</sup> 0,8 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее через колонку пропускают 1 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. Первые 150 см<sup>3</sup> элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 300 см<sup>3</sup> элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Затем элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, раствор переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат I), 250 см<sup>3</sup> элюата собирают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup> (раствор чистого европия). Элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, в каждой из которых определяют наличие европия (см. п. 3.8).

Порции элюата, не содержащие европия, переносят в испаритель и в дальнейшем упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 2600 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат II).

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

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

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 гадолиния ( $X_9$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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

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

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

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

Допускается определение примесей только окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, гадолиния. Для этого выделяют концентрат I и затем после выделения европия 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой (см. выше) получают концентрат II  $a$ , пропуская через колонку 300 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup>



соляной кислоты. Концентрат II *a*, содержащий гадолиний, подготавливают к спектральному анализу и анализируют так же, как концентрат II.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 2,1.

#### 4.3—4.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 4.6. Анализ гадолиния или его окиси

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

Концентраты примесей РЗЭ получают в хроматографической колонке диаметром 33 мм, заполненной сорбентом (150 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм+90 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 240 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического гадолиния массой 0,87 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 6—10 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают досуха, хлориды РЗЭ растворяют в 30 см<sup>3</sup> 0,8 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 см<sup>3</sup> 0,8 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Через колонку пропускают 1 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. Первые 150 см<sup>3</sup> элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 200 см<sup>3</sup> элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Затем элюат собирают порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, раствор переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат I). Через колонку пропускают 2,5 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. 200 см<sup>3</sup> элюата (раствор чистого гадолиния) собирают в мерный цилиндр вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup>, раствор переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат II).

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

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

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 и иттрия ( $X_{12}$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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

Допускается определение примесей только окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария. Для этого выделяют концентрат I, как указано выше, далее после появления в элюате гадолиния через колонку пропускают 300 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат отбрасывают. Концентрат I анализируют, как указано выше.

Допускается определение примесей только окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, иттрия. Для этого выделяют концентрат I, затем после



выделения гадолиния 2,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой (см. выше) получают концентрат II *a* (окиси тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, иттрия), пропуская через колонку 500 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты.

Концентрат II *a* подготавливают к спектральному анализу и анализируют так же, как концентрат II.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 2,1.

#### 4.6.2. Определение массовых долей окисей тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, иттрия

Концентрат примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке диаметром 22 мм, заполненной сорбентом (50 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 30 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 85 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического гадолиния массой 1,74 г или 2 г его окиси помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 7—8 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до растворения. Раствор упаривают досуха, хлориды РЗЭ растворяют в 30 см<sup>3</sup> 1,3 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и раствор пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 см<sup>3</sup> 1,7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку.

Далее через колонку пропускают 1,7 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. Первые 80 см<sup>3</sup> элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 100 см<sup>3</sup> элюата (раствор чистого гадолиния) собирают в мерный цилиндр вместимостью 200—300 см<sup>3</sup>. Затем элюат собирают в пробирки порциями по 5 см<sup>3</sup>, в каждой из которых определяют наличие гадолиния (см. п. 3.8). Две первые (в порядке отбора) порции элюата, не содержащие гадолиний, отбрасывают, остальные упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 300 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат I *a*).

В концентрат I *a* добавляют 20 мг окиси лютеция, нагревают до растворения и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в п. 3.9. Полученную окись лютеция, обогащенную определяемыми примесями (тербием, диспрозием, гольмием, иттрием), подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей тербия, диспрозия, гольмия и иттрия ( $X_{12}^1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12}^1 = \frac{A}{100},$$

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

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 2,2.

#### 4.6.3. Определение массовых долей окисей гольмия, иттрия, эрбия

Концентрат примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке диаметром 14 мм, заполненной сорбентом (10 г силикагеля с размером зерна 0,10 мм + 6 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 20 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического гадолиния массой 0,87 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 6—8 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоты и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают досуха, нитраты растворяют в 10 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на экстракционно-хроматографической колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 10 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее через колонку пропускают 50 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоты. Первые 20 см<sup>3</sup> элюата отбрасывают, следующие 30 см<sup>3</sup> (раствор чистого гадолиния) собирают в мерный цилиндр. Затем элюат собирают в пробирки порциями по 5 см<sup>3</sup>, в каждой из которых определяют наличие гадолиния (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие гадолиний, присоединяют к последующим порциям. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 50 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> азотной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup>, раствор переносят в кварцевый тигель вместимостью 30 см<sup>3</sup> (концентрат I). В концентрат I добавляют



## С. 19 ГОСТ 23862.7—79

25 мг окиси гадолиния, нагревают до растворения, упаривают досуха на электроплитке, затем прокачивают 1 ч в муфельной печи при температуре 900 °С.

Полученную окись гадолиния, обогащенную определяемыми примесями, подвергают спектральному анализу по п. 4.16.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 2,0.

### 4.6.1—4.6.3. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

#### 4.7. Анализ тербия или его окиси

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

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 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 135 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического тербия массой 0,85 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 6—10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее колонку промывают 1,2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой. Первые 80 см<sup>3</sup> элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают. Следующие 300 см<sup>3</sup> элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат I). Затем через колонку пропускают 2 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. Первые 60 см<sup>3</sup> элюата отбрасывают, следующие 300 см<sup>3</sup> элюата собирают в стакан (раствор чистого тербия), затем элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (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, приведенной 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 и иттрия.

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 и иттрия ( $X_{14}$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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

Допускается определение примесей только окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, диспрозия, гольмия, эрбия и иттрия. Для этого выделяют концентрат I и затем после выделения тербия 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой (см. выше) получают концентрат II  $a$ , пропуская через колонку 300 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты.



Концентрат II *a*, содержащий окиси диспрозия, гольмия, эрбия и иттрия, подготавливают к спектральному анализу и анализируют так же, как концентрат II.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 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 и иттрия.

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 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 240 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического диспрозия массой 0,87 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5—6 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 см<sup>3</sup> 1,1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 см<sup>3</sup> 1,1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее через колонку пропускают 1,6 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. Первые 150 см<sup>3</sup> элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 550 см<sup>3</sup> элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, в каждой из которых определяют наличие диспрозия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие диспрозий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат I). Затем колонку промывают 2,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой. Первые 600 см<sup>3</sup> элюата собирают в стакан (раствор чистого диспрозия), далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup>, переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат II).

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

в концентрате II — гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция и иттрия.

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 и иттрия ( $X_{16}$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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

Допускается определение примесей только окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, гольмия, эрбия и иттрия. Для этого выделяют концентрат I и затем после выделения диспрозия 2,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой (см. выше) получают концентрат II *a*, пропуская через колонку 500 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Концентрат II *a*, содержащий окиси гольмия, эрбия и иттрия, подготавливают к спектральному анализу и анализируют так же, как концентрат II.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 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 и иттрия

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 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 240 см<sup>3</sup>).

Навеску металлического гольмия массой 0,87 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5—6 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 см<sup>3</sup> 1,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 см<sup>3</sup> 1,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Колонку промывают 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой. Первые 150 см<sup>3</sup> элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 500 см<sup>3</sup> собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат I). Затем через колонку пропускают 3 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. Первые 250 см<sup>3</sup> элюата собирают в стакан (раствор чистого гольмия), далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (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 и иттрия.

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, тербир ( $X_{17}$ ) 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 и иттрия ( $X_{19}$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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

Допускается определение примесей только окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, эрбия и иттрия. Для этого выделяют концентрат I и затем после выделения гольмия 3 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой (см. выше) получают концентрат II а, пропуская через колонку 300 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Концентрат II а, содержащий окиси эрбия и иттрия, подготавливают к спектральному анализу и анализируют так же, как концентрат II.



Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 2,1.

#### 4.10. 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 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 240 см<sup>3</sup>).

Навеску металлического эрбия массой 0,87 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5—6 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 см<sup>3</sup> 2,4 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Колонку промывают 2,4 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой. Первые 150 см<sup>3</sup> элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 750 см<sup>3</sup> элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат I). Через колонку пропускают 4,4 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. 350 см<sup>3</sup> элюата собирают в стакан (раствор чистого эрбия), далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (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, %.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 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 и иттрия



## С. 23 ГОСТ 23862.7—79

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 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 250 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического тулия массой 0,88 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5—6 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 см<sup>3</sup> 3,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее колонку промывают 3,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой. Первые 150 см<sup>3</sup> элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 800 см<sup>3</sup> собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат I). Затем через колонку пропускают 5 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. Первые 450 см<sup>3</sup> элюата собирают в стакан (раствор чистого тулия), далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия и иттрия;  
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 и иттрия ( $X_{23}$ ) 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, %.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 2,1.

**4.7—4.11. (Измененная редакция, Изм. № 1).**

### **4.12. Анализ иттербия или его окиси**

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

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 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 240 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического иттербия массой 0,88 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5—6 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода, нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 см<sup>3</sup> 4 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.



Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 см<sup>3</sup> 5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее колонку промывают 5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Первые 150 см<sup>3</sup> элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 650 см<sup>3</sup> элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат I). Затем через колонку пропускают 7 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. Первые 600 см<sup>3</sup> элюата собирают в стакан (раствор чистого иттербия), далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат II).

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

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 и иттрия ( $X_{25}$ ) 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 в 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, %.

Расхождение результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 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 и иттрия

Концентрат примесей РЗЭ получают экстракционно-хроматографической колонке диаметром 42 мм, заполненной сорбентом (280 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 195 см<sup>3</sup> раствора 100 %-ной Д2ЭГФК в толуоле, свободный объем сорбента 520 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки см. п. 3.6.

Навеску металлического лютеция массой 0,88 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5—6 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 см<sup>3</sup> 5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 30 см<sup>3</sup> 5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Промывной раствор пропускают через колонку. Далее колонку промывают 5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой. Первые 150 см<sup>3</sup> элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают. Сле-



## С. 25 ГОСТ 23862.7—79

дующие 1000 см<sup>3</sup> собирают в мерный цилиндр вместимостью 2000 см<sup>3</sup>. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат примесей РЗЭ). Затем через колонку пропускают 7 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. Первые 900 см<sup>3</sup> элюата собирают в стакан (раствор чистого лютеция), далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, в каждой из которых определяют наличие лютеция (см. п. 3.8). Колонку промывают 7 моль/дм<sup>3</sup> 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 и иттрия ( $X_{28}$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

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

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 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 см<sup>3</sup> 100 %-ной Д2ЭГФК свободный объем сорбента 80 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки см. п. 3.6.

Навеску металлического иттрия массой 0,79 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5—6 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 30 см<sup>3</sup> 2,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по п. 3.7. Стакан, в котором растворялась проба, промывают 15 см<sup>3</sup> 2,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Далее колонку промывают 2,5 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой. 85 см<sup>3</sup> элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, в каждой из которых определяют наличие иттрия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие иттрий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (концентрат примесей РЗЭ). Затем через колонку пропускают 7 моль/дм<sup>3</sup> соляную кислоту. 250 см<sup>3</sup> 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, %.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 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 диаметром 32 мм, заполненной сорбентом (116 г силикагеля с размером зерна 0,1 мм + 70 см<sup>3</sup> ТБФ, свободный объем сорбента 190 см<sup>3</sup>). Заполнение колонки по п. 3.6.

Навеску металлического иттрия массой 0,79 г или 1 г окиси помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 5—6 см<sup>3</sup> 7 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 0,5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, растворяют в 60 см<sup>3</sup> 0,8 моль/дм<sup>3</sup> раствора роданистого аммония и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку, предварительно промытую 800 см<sup>3</sup> дистиллированной воды до рН 4,4 и 300 см<sup>3</sup> 0,8 моль/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 0,8 моль/дм<sup>3</sup> раствора роданистого аммония. Далее колонку промывают 0,3 моль/дм<sup>3</sup> раствором роданистого аммония. Первые 400 см<sup>3</sup>, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают. Элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, в каждой из которых определяют наличие иттрия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие иттрия, отбрасывают. 440 см<sup>3</sup> элюата собирают в стакан (раствор чистого иттрия), затем элюат собирают в пробирки порциями по 10 см<sup>3</sup>, в каждой из которых определяют наличие иттрия (см. п. 3.8). Порции элюата, не содержащие иттрия, переносят в испаритель и в дальнейшем упаривают вместе с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 300 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см<sup>3</sup> и переносят в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> (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, %.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 2,1.

4.13—4.15. (Измененная редакция, Изм. № 1).

**4.16. Спектральный анализ концентратов РЗЭ, выделенных из окиси лантана (п. 4.1.2) и из окиси гадолиния (п. 4.6.3)**

4.16.1. Приготовление образцов сравнения

Образцы сравнения (ОС) готовят непосредственно перед фотографированием спектров. Для этого образцы на графите порошковом (ОГП) смешивают в соотношении 1 : 1 со свежeproкаленными окисями иттрия или гадолиния, чистыми по определяемым примесям.

Образцы на графите порошковом (ОГПЛа и ОГПГа) готовят перемешиванием порошкового графита с окисями церия, празеодима, неодима, самария, диспрозия и эрбия (ОГПЛа) — при анализе окиси лантана; с окисями гольмия, эрбия и иттрия (ОГПГа) — при анализе окиси гадолиния.

Для приготовления ОГПЛа1, содержащего по 0,2 % окисей церия, празеодима, неодима, самария, диспрозия и эрбия (по массе окисей) в яшмовую ступку помещают 19,76 г порошкового графита и по 0,04 г свежeproкаленных окисей церия, празеодима, неодима, самария, диспрозия и эрбия. Содержимое перемешивают в течение 30 мин, добавляя спирт до кашицеобразного состояния массы. После окончания перемешивания спирт выжигают и перемешивают массу в течение 3 мин.

Образцы ОГПЛа2 — ОГПЛа8 готовят последовательным разбавлением соответственно ОГПЛа1, а затем каждого последующего образца порошковым графитом, повторяя каждый раз процедуру перемешивания и выжигания спирта, как описано при приготовлении образца ОГПЛа1.

Массовая доля каждой из определяемых примесей (окисей церия, празеодима, неодима, самария, диспрозия и эрбия) в образцах ОГПЛа1 — ОГПЛа8 и вводимые в смесь навески порошкового графита и предыдущего образца 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: церия, празеодима, неодима, самария; диспрозия, эрбия в смеси окисей и порошкового графита, %	Масса навески, г	
		порошкового графита	предыдущего образца (в скобках указано его обозначение)
ОГПЛа1	$2 \cdot 10^{-1}$	—	—
ОГПЛа2	$1 \cdot 10^{-1}$	10,0	10,0 (ОГПЛа1)
ОГПЛа3	$5 \cdot 10^{-2}$	10,0	10,0 (ОГПЛа2)
ОГПЛа4	$2 \cdot 10^{-2}$	12,0	8,0 (ОГПЛа3)
ОГПЛа5	$1 \cdot 10^{-2}$	10,0	10,0 (ОГПЛа4)
ОГПЛа6	$5 \cdot 10^{-3}$	10,0	10,0 (ОГПЛа5)
ОГПЛа7	$2 \cdot 10^{-3}$	12,0	8,0 (ОГПЛа6)
ОГПЛа8	$1 \cdot 10^{-3}$	6,0	6,0 (ОГПЛа7)

Для приготовления ОГПГа1, содержащего по 0,2 % окисей гольмия, эрбия и иттрия (по массе окисей) в яشمовую ступку помещают 19,88 г порошкового графита и по 0,04 г свежепрокаленных окисей гольмия, эрбия и иттрия. Далее образец готовят так же, как ОГПЛа1.

Образцы ОГПГа2 — ОГПГа8 готовят последовательным разбавлением ОГПГа1 и затем каждого последующего образца порошковым графитом, повторяя каждый раз процедуру перемешивания со спиртом.

Массовая доля каждой из определяемых примесей (гольмия, эрбия, иттрия) в образцах ОГПГа1 — ОГПГа8 и вводимые в смесь навески порошкового графита и предыдущего образца указаны в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Обозначение образца	Массовая доля каждой из определяемых примесей гольмия, эрбия, иттрия в расчете на содержание окисей в смеси, %	Масса навески, г	
		порошкового графита	предыдущего образца (в скобках указано его обозначение)
ОГПГа1	$2 \cdot 10^{-1}$	—	—
ОГПГа2	$1 \cdot 10^{-1}$	10,0	10,0 (ОГПГа1)
ОГПГа3	$5 \cdot 10^{-2}$	10,0	10,0 (ОГПГа2)
ОГПГа4	$2 \cdot 10^{-2}$	12,0	8,0 (ОГПГа3)
ОГПГа5	$1 \cdot 10^{-2}$	10,0	10,0 (ОГПГа4)
ОГПГа6	$5 \cdot 10^{-3}$	10,0	10,0 (ОГПГа5)
ОГПГа7	$2 \cdot 10^{-3}$	12,0	8,0 (ОГПГа6)
ОГПГа8	$1 \cdot 10^{-3}$	6,0	6,0 (ОГПГа7)

Образцы хранят в пакетах из кальки в эксикаторе.

#### 4.16.2. Проведение спектрального анализа концентратов РЗЭ

15 мг обогащенной определяемыми примесями окиси иттрия, полученной по п. 4.1.2, или обогащенной определяемыми примесями окиси гадолиния, полученной по п. 4.6.3, смешивают на кальке с 15 мг порошкового графита в течение 1—2 мин. Полученную смесь делят на две равные части и помещают с помощью шпателя и металлического стержня в кратеры двух электродов.

По 15 мг каждого из образцов сравнения ОГП1 — ОГП8 смешивают с 15 мг окиси РЗЭ, чистой по определяемым примесям (при анализе лантана — окисью иттрия; при анализе гадолиния — окисью гадолиния). Полученную смесь (ОС) делят на две равные части и помещают в кратеры двух электродов. Электрод с анализируемой пробой или ОС служит анодом, а верхний электрод, заточенный на конус — катодом. Между электродами зажигают дугу постоянного тока силой 10 А. Время экспозиции от 60 до 120 с (до полного испарения материала). Спектры фотографируют на спектрографе ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм, работающей в первом порядке отражения, с трехлинзовой



системой освещения. Ширина щели спектрографа 15 мкм. Спектры каждой пробы и каждого ОС фотографируют на фотопластинке по два раза. При анализе окиси лантана в области длин волн 390—425 нм при анализе окиси гадолиния 310—340 нм. Экспонированные фотопластинки проявляют 3 мин, промывают водой, фиксируют, промывают в проточной воде 15 мин и сушат.

#### 4.16.3. Обработка результатов

В каждой спектрограмме фотометрируют почернения аналитической линии определяемого элемента  $S_d$  и линии сравнения  $S_c$  (табл. 3) и вычисляют разность почернений  $\Delta S = S_d - S_c$ .

Т а б л и ц а 3

Основа	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Длина волны линии сравнения, нм	Диапазон определяемых массовых долей окисей РЗЭ, %
Окись лантана	Церий	422,260	422,190	$1 \cdot 10^{-2} - 2 \times 10^{-1}$
	Празеодим	422,533	422,190	$1 \cdot 10^{-2} - 2 \times 10^{-1}$
	Неодим	430,357	429,840	$5 \cdot 10^{-3} - 2 \times 10^{-1}$
	Самарий	428,078	427,265	$5 \cdot 10^{-3} - 2 \times 10^{-1}$
	Диспрозий	400,045	399,960	$2 \cdot 10^{-3} - 2 \times 10^{-1}$
	Эрбий	400,797	400,600	$2 \cdot 10^{-3} - 2 \times 10^{-1}$
Окись гадолиния	Гольмий	339,898	340,380	$1 \cdot 10^{-2} - 2 \times 10^{-1}$
	Эрбий	323,059	323,070	$5 \cdot 10^{-3} - 2 \times 10^{-1}$
	Иттрий	321,668	321,640	$2 \cdot 10^{-3} - 2 \times 10^{-1}$

По двум параллельным значениям для  $\Delta S_1$  и  $\Delta S_2$ , полученным по двум спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднеарифметическое значение  $\Delta \bar{S}$ . По значениям  $\lg C$  и  $\Delta \bar{S}$  для образцов сравнения строят градуировочный график в координатах ( $\Delta \bar{S} - \lg C$ ).

Массовую долю ( $A$ ) окиси определяемой примеси в процентах в обогащенной окиси иттрия находят по градуировочному графику по значениям  $\Delta S$ .

Массовую долю окисей церия, празеодима, неодима, самария, диспрозия и эрбия в пробе окиси лантана ( $X_{31}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{31} = \frac{A \cdot B}{P},$$

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

$P$  — масса пробы лантана, взятая для анализа, г;

$B$  — масса прокаленной окиси иттрия, обогащенной определяемыми примесями, г.

Массовую долю ( $A$ ) окиси определяемой примеси в процентах в обогащенной окиси гадолиния находят по градуировочному графику по значению  $\Delta S$ .

Массовую долю окисей гольмия, эрбия и иттрия в окиси гадолиния ( $X_{32}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{32} = \frac{A}{40},$$

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

## М е т о д П

### 5. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Мешалка магнитная типа ММ-3.

Цинк порошок по ГОСТ 12601—76 марки ПЦ 2.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, и 0,25 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, концентрированный и разбавленный 1:1.



## С. 29 ГОСТ 23862.7—79

Фильтры «синяя лента».

Аргон газообразный по ГОСТ 10157—79.

Воронка Бюхнера диаметром 60 мм.

Тигли фарфоровые № 4.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Цилиндры стеклянные вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Колба для восстановления европия вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

### 5.1. Проведение анализа

Навеску окиси европия массой 2 г помещают в колбу для восстановления европия, добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и растворяют при нагревании. Раствор упаривают до влажных солей, которые растворяют в 20 см<sup>3</sup> 0,25 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. Колбу помещают на магнитную мешалку, в раствор опускают стеклянную трубку, соединенную с баллоном, устанавливают скорость подачи аргона — 90 пузырьков в минуту и продувают раствор аргоном в течение 5 мин. Затем в колбу вводят 2 г цинкового порошка, включают магнитную мешалку и ведут восстановление европия в токе аргона в течение 10 мин. Затем отключают магнитную мешалку, в колбу вводят 12 см<sup>3</sup> концентрированного раствора аммиака, прекращают подачу аргона, переносят содержимое колбы на воронку Бюхнера и фильтруют через два слоя фильтров. Фильтрат отбрасывают. Колбу, в которой проводилось восстановление, промывают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Промывной раствор переносят на воронку Бюхнера, растворяют осадок гидроокисей, собирают раствор в чистую колбу, вводят туда 25 см<sup>3</sup> концентрированного раствора аммиака и отфильтровывают полученный осадок гидроокисей РЗЭ на чистой воронке Бюхнера через два слоя фильтров. Осадок промывают разбавленным раствором аммиака, переносят в предварительно взвешенный тигель, озоляют, прокаливают при температуре 900 °С в течение 1 ч и после охлаждения взвешивают.

Полученную окись европия, обогащенную примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.2—79.

Массовую долю окисей неодима, самария, гадолиния ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot A}{m},$$

где  $A$  — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси европия, %;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г;

$m_1$  — масса навески окиси европия, полученная после обогащения, г.

Расхождения результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 1,7.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**