

## РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКСИДЫ

Химико-спектральные методы определения примесей ванадия, вольфрама, железа, кобальта, марганца, меди, молибдена, никеля, ниобия, свинца, тантала, титана и хрома

ГОСТ  
23862.10—79

Rare-earth metals and their oxides. Chemical-spectral methods of determination of impurities of vanadium, tungsten, iron, cobalt, manganese, copper, molybdenum, nickel, niobium, lead, tantalum, titanium and chromium

МКС 77.120.99  
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3988 дата введения установлена

01.01.81

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

Настоящий стандарт устанавливает химико-спектральный метод определения ванадия, вольфрама, железа, кобальта, марганца, меди, молибдена, никеля, ниобия, свинца, тантала, титана и хрома в иттрии, лантане, иттербии, лютеции и их оксидах (метод I) и химико-спектральный метод определения ванадия, марганца, железа, кобальта, никеля, меди в редкоземельных металлах и их оксидах (кроме церия и двуокиси церия) (метод II).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

## Метод I

Химико-спектральный метод определения ванадия, вольфрама, железа, кобальта, марганца, меди, молибдена, никеля, ниобия, свинца, тантала, титана и хрома в иттрии, лантане, иттербии, лютеции и их оксидах основан на групповом концентрировании примесей флокуляцией коллоидных растворов диэтилдитиокарбаматов, тиоксинатов или гидроокисей примесных элементов с помощью полиакриламида в присутствии порошкового графита и последующем спектральном анализе полученного концентрата.

Интервалы определяемых массовых долей примесей:

ванадия	от $5 \cdot 10^{-6}$ % до $1 \cdot 10^{-4}$ %
вольфрама	от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-3}$ %
железа	от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $2 \cdot 10^{-4}$ %
кобальта	от $2 \cdot 10^{-6}$ % до $1 \cdot 10^{-4}$ %
марганца	от $5 \cdot 10^{-6}$ % до $5 \cdot 10^{-5}$ %
меди	от $5 \cdot 10^{-6}$ % до $5 \cdot 10^{-5}$ %
молибдена	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $5 \cdot 10^{-4}$ %
никеля	от $2 \cdot 10^{-6}$ % до $1 \cdot 10^{-4}$ %
ниобия	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $3 \cdot 10^{-2}$ %
свинца	от $2 \cdot 10^{-6}$ % до $1 \cdot 10^{-4}$ %
тантала	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $3 \cdot 10^{-2}$ %

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

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







тщательно перемешивают кварцевой палочкой в течение 3—5 мин до образования нерастворимых гелеобразных бурых частиц — волокон, добавляют 50 мг порошкового графита, 2 см<sup>3</sup> раствора тиоксината натрия и вновь тщательно перемешивают в течение 3—5 мин. Охлажденный до комнатной температуры раствор с осадком фильтруют через фильтр «синяя лента», помещенный в тигель Гуча, используя колбу Бунзена с отсосом. Осадок (концентрат примесей) промывают 2—3 раза раствором диэтилдитиокарбамата натрия (1 г/дм<sup>3</sup>) порциями по 5 см<sup>3</sup>, обмывая палочку, стенки стакана и тигля. Затем тигель Гуча (с осадком) помещают в кварцевую чашку вместимостью 30 см<sup>3</sup> и досуха сушат осадок (без озоления фильтра) в течение 10—15 мин. Осадок вместе с фильтром переносят в кварцевую чашку вместимостью 10 см<sup>3</sup> (фильтром книзу) и озоляют фильтр в течение 3—5 мин на электроплитке, закрытой кварцевой пластиной. После озоления фильтра чашку накрывают часовым стеклом и еще выдерживают на электроплитке в течение 10—15 мин.

После охлаждения весь сухой остаток переносят из чашки на кальку, добавляют 2 мг хлористого натрия, перемешивают и полученной смесью заполняют электроды для спектрального анализа.

Анализ каждой пробы проводят из трех параллельных навесок. Одновременно с каждой партией анализов проводят через все стадии анализа три контрольных опыта на все реактивы, получая три сухих остатка-концентрата.

#### 4.2. Спектральный анализ концентратов

К каждому концентрату, полученному из контрольных опытов, и к 50 мг каждого из образцов сравнения ОС 1 — ОС 8 добавляют по 2 мг хлористого натрия и спектрально чистой по определяемым примесям окиси анализируемого РЗЭ и перемешивают. Каждую смесь помещают в кратер электрода (анода) диаметром 4 мм и глубиной 6 мм. Верхний электрод, заточенный на конус, служит катодом; между электродами зажигают дугу постоянного тока. Ток 15 А. Расстояние между электродами — 3 мм. Спектры фотографируют на спектрографе ДФС-8, используя фотопластинки ЭС. Ширина щели спектрографа — 15 мкм, время экспозиции — 45 с. Промежуточную диафрагму в трехлинзовом конденсоре подбирают так, чтобы почернения фона вблизи аналитических линий находились в области нормальных почернений.

В одинаковых условиях фотографируют по три раза спектры концентратов анализируемых проб, по три раза спектры концентратов, полученных из контрольных опытов, и по два раза спектры каждого образца сравнения.

Экспонированные фотопластинки проявляют, промывают водой, фиксируют, промывают в проточной воде (15 мин) и сушат.

### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой спектрограмме фотометрируют почернения аналитической линии определяемого элемента  $S_a$  (см. табл. 2) и близлежащего фона  $S_\phi$  и вычисляют разность почернений  $\Delta S = S_a - S_\phi$ . По двум параллельным значениям  $\Delta S_1$  и  $\Delta S_2$  находят среднеарифметическое значение  $\Delta S$ . Градуировочный график строят в координатах ( $\lg C$ ,  $\Delta S$ ), используя значения  $\Delta S$  для образцов сравнения.

Таблица 2

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм
Ванадий	318,54	Никель	300,25**
Вольфрам	294,44*	Ниобий	295,09
Железо	248,33	Свинец	283,31
Кобальт	242,49	Тантал	271,47***
	304,4	Титан	307,86
Марганец	280,11		302,16
Медь	324,75	Хром	284,33
Молибден	317,03		

\* При анализе иттербия и его окиси — 294,70 нм.

\*\* При анализе иттербия и его окиси — 301,20 нм; иттрия и лантана — 305,0 нм.

\*\*\* Анализ лантана и его окиси на примесь тантала не проводится.













