

МИНИСТЕРСТВО МЕТАЛЛУРГИИ СССР

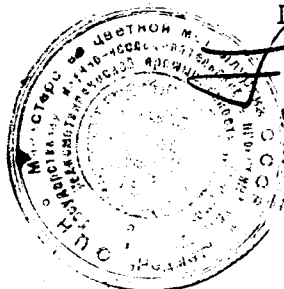
ОКП I7 6730

УДК 661.265.2.2

Группа Л I4

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора Гиредмета  
по научной работе



А.В.Елютин

"14"

05

1990 г.

ОКИСИ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ: ЛАНТАНА,  
ЦЕРИЯ, ПРАЗЕОДИМА, НЕОДИМА, САМАРИЯ,  
ЕВРОПИЯ

Технические условия

ТУ 48-4-523-90

(Взамен ОСТ 48-129-77, ОСТ 48-194-81,  
ОСТ 48-199-81, ОСТ 48-209-81)

Срок действия: с 01.01.91 г.

до 01.01.96 г.

Введен в действие  
01.01.91  
СТАНДАРТИЗМА  
Согласно приказу  
фонда технических стандартов  
от 01.01.91



Заведующий НИОС Гиредмета

Г.А.Задемидко

"14"

11.05.90

1990 г.

3038990 26.06.90

005/021954

24.05.90

Продолжение на следующем листе

Инв. № подл. Подл. и дат. Взам инв. № Инв. № дубл. Подл. и дата

СОГЛАСОВАНО:

Заместитель главного  
государственного санитар-  
ного врача РСФСР

Л.Г.Подунова

Согласовано письмом  
№ 06 РС-ЗТУ-191-1057  
от 08.04.89

Заместитель директора  
ЦНИИП

Е.С.Горев

Согласовано письмом  
№ 17-18-26/771  
от 05.04.89

Заместитель директора  
НИИАТ

И.М.Грязнов

Согласовано письмом  
№ 5002/1082 от 23.03.89

Заместитель начальника  
ГосНИИ ГА

А.И.Соловьев

Согласовано письмом  
№ 80.124-4378 от 21.06.89

Начальник Бюро экспертизы  
стандартов МПС СССР

В.П.Хоботов

Согласовано письмом  
№ 2233-02/1432 от 21.07.89

Заместитель председателя  
ВВО "Разноимпорт"

Г.А.Иванов

Согласовано письмом  
№ 68/2502/420 от 25.12.89

Заведующий отделом охраны труда  
ЦК профсоюза рабочих металлурги-  
ческой промышленности

Г.В.Коньшин

Согласовано письмом  
№ 02-ВД-116 от 16.12.89

Начальник лаборатории ВНИИП

В.П.Дьяконов

Согласовано письмом  
№ 5.2/5238 от 04.12.89

Главный инженер Иртышского химико-  
металлургического завода

В.Н.Казанцев

Согласовано телеграммой  
№ 1496 от 16.04.90

Заместитель главного инженера  
Пышминского опытного завода

И.П.Паздников

Согласовано телеграммой  
№ 634 от 20.04.90

Главный инженер Киргизского горно-  
металлургического комбината

А.Г.Закоморный

Согласовано телеграммой  
№ 12602 от 09.02.90

И.о.главного инженера Изюского  
приборостроительного завода имени  
Дзержинского

В.П. Сорокин

Согласовано письмом  
№ 28-228/7547 от 28.03.89

Главный инженер Новосибирского  
завода редких металлов

М.Ю.Трубицын

Согласовано письмом  
№ 012.21/444 от 29.03.89

Ив. № подл.	Подп. и дата	Взам инв. №	Инв. № дубл.	Подп. и дата

Настоящие технические условия распространяются на окиси редкоземельных металлов: лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия (далее по тексту – окиси РЗМ), предназначенные для применения в производстве оптического и окрашенного стекла, керамических изделий, конденсаторов, люминофоров, металлов и солей РЗМ, исследовательских работ в различных областях науки и техники и для экспорта.

Окиси РЗМ – мелкодисперсные кристаллические порошки.

Лантана окись – белого цвета; допускаются оттенки от розовой до светло-коричневой окраски.

Церия двуокись – лимонно-желтого цвета; допускаются оттенки от желтовато-розовой до коричневой окраски.

Празеодима окись – черного цвета.

Неодима окись – светло-голубого цвета; допускается оттенок светло-сиреневой окраски.

Самария окись – бледно-желтого цвета.

Европия окись – белого цвета.

Формула окисей:  $La_2O_3, CeO_2, Pr_6O_{11} (Pr_2O_3 \cdot 4Pr_2O_2), Nd_2O_3, Sm_2O_3, Eu_2O_3$ .

Молекулярные массы (по международным атомным массам 1973 г.):

$La_2O_3$  – 325,8092

$CeO_2$  – 172,1188

$Pr_6O_{11}$  – 1021,4396

$Nd_2O_3$  – 336,4782

$Sm_2O_3$  – 348,7982

$Eu_2O_3$  – 351,9182

ТУ 48-4-523-90

Окиси редкоземельных металлов: лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия

Лит. А Лист 2 Листов 45  
Гиредмет, ПОЗ, КГМК, ИХМЗ

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
Разраб.	Абдуллина			
Пров.				
Н. контр.				
Утв.				
Изм. № подл.				
Взам. инв. №				
Инв. № дубл.				
Подп. и дата				

## 1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Окиси РЗМ должны изготавливаться в соответствии с требованиями настоящих технических условий по технологической документации, утвержденной в установленном порядке.

1.2. Окиси РЗМ выпускают следующих марок:

Лантана окись	ЛаО-Г, ЛаО-Д, ЛаО-Ж, ЛаО-Л
Церия двуокись	ЦеО-Д, ЦеО-Ж, ЦеО-Л
Празеодинга окись	ПрО-Л, ПрО-М, ПрО-Н
Неодина окись	НО-Е, НО-Ж, НО-Л, НО-М
Самария окись	Смо-Е, Смо-Ж, Смо-Л, Смо-М
Европия окись	Ево-Ж

1.3. Окиси РЗМ должны соответствовать нормам, указанным в табл.1-6.

1.4. В окисях РЗМ не допускаются инородные ( механические ) включения.

1.5. Остаточная радиоактивность в окисях лантана, церия, празеодина, неодина, самария, европия на уровне "менее  $1 \cdot 10^{-9}$  Ки/г" гарантируется технологией производства и определяется периодически не реже одного раза в шесть месяцев по бета-излучению.

Окиси РЗМ в соответствии с п. 1.3 ОСП-72/87 являются радиационнобезопасными продуктами.

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Окиси РЗМ - токсичны, негорючи, пожаровзрывобезопасны.

При попадании в упаковку с окисью лантана ( или неодина ) воды происходит разогрев массы материала, что может привести к возгоранию упаковки.

В соответствии с ГОСТ 12.1.044 окиси РЗМ относятся к группе негорючих веществ.

Окиси РЗМ при высоких температурах (условия пожара) никаких токсичных соединений не образуют.

2.2. В воздухе рабочей зоны окиси РЗМ находятся в виде пыли порошка размером менее 0,1 мкм.

2.3. Пыль окисей РЗМ действует на слизистую оболочку верхних дыхательных путей; мало раздражает здоровую кожу, но значительно — поврежденную, вызывая кожные поражения в виде сухости, трещин, зуда.

2.4. При попадании во внутрь организма пыль окисей РЗМ вызывает замедление свертывания крови, изменение ее морфологического состава, угнетает функции печени, оказывает неблагоприятное действие на белковый, жировой и минеральный обмен. Выделение окисей РЗМ происходит через желудочно-кишечный тракт.

2.5. По степени воздействия на организм в соответствии с ГОСТ 12.1.007 окиси РЗМ представляют вещества умеренно опасные и относятся к 3-му классу опасности.

2.6. Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) окисей лантана, празеодима, неодима, самария, европия —  $6 \text{ мг/м}^3$  (СанПиН № 4613 от 25.04.88 г.).

Предельно допустимая концентрация (ПДК) двуокиси церия —  $5 \text{ мг/м}^3$  по ГОСТ 12.1.005.

Содержание окиси РЗМ в воздухе рабочей зоны не должно превышать величину ОБУВ или ПДК.

Предельно допустимая концентрация окисей РЗМ в питьевой воде Минздравом СССР не установлена.

В сточных водах окиси РЗМ не образуют других токсичных веществ и пожаровзрывоопасных соединений.

2.7. Работы с окисями РЗМ проводят в производственных помеще-

ниях, оборудованных приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021 и обеспечивающей санитарно-гигиенические требования в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

В помещении должны находиться средства пожаротушения - сжатые (сжиженные) газы и огнегасительные составы, порошковые огнегасительные средства.

Проходы и выходы из рабочего помещения, подступы к средствам пожаротушения должны быть всегда свободными.

Общие требования по обеспечению пожарной безопасности должны соответствовать ГОСТ 12.1.004.

2.8. Для защиты органов дыхания, слизистой оболочки глаз и кожи при подготовке массы партии и отборе проб готовой продукции необходимо пользоваться противопылевым респиратором типа ШБ-1 "Лепесток" по ГОСТ 12.4.028, защитными очками по ГОСТ 12.4.013, рукавицами парусиновыми льняными с комбинированной пропиткой по ГОСТ 12.4.010 и другими индивидуальными средствами защиты в соответствии с "Типовыми отраслевыми нормами бесплатной выдачи рабочим и служащим специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты", утвержденными постановлением Госкомтруда СССР и Президиума ВЦСПС от 01.08.79 г. № 344/П-7 (дополненные и измененные постановлением этих органов от 21.08.85г. № 289/П-8).

2.9. При работе с окисями РЗМ должны соблюдаться правила личной гигиены: перед приемом пищи необходимо вымыть руки; по окончании рабочей смены следует принять душ; не допускается курение на рабочих местах.

2.10. К работе с окисями РЗМ допускают лиц не моложе 18 лет.

Поступающие на работу должны проходить:

Предварительное обучение безопасным методам работы с окисями РЗМ и правилам обращения с защитными средствами;

предварительный и периодические медицинские осмотры согласно приказу Минздрава СССР № 555 от 29.09.89г.

## Лантана окись

Наименование показателя	Норма			
	Массовая доля примесей, %, не более			
	ЛаО-Г	ЛаО-Д	ЛаО-Ж	ЛаО-Л
Церия двуокись	$5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	-
Празеодима окись	$1 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	-
Неодима окись	-	-	$5 \cdot 10^{-3}$	-
Сумма церия, празеодима, неодима окисей	-	-	-	$1 \cdot 10^{-1}$
Тербия окись	$1 \cdot 10^{-4}$	-	-	-
Ванадий	$1 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	-
Железо	$5 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-3}$
Кальций	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$
Кобальт	$5 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	-
Марганец	$1 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	-
Медь	$1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-3}$
Никель	$5 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	-
Титан	$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	-	-
Хром	$1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	-
Потери при прокаливании, %, не более	2	3	4	4
Код ОКП	I7 6732 00I5 04      I7 6732 0022 05 I7 6732 00I4 05      I7 6732 00I7 02			

- Примечания: 1. Условное определение содержания основного вещества приведено в приложениях 1, 2 (рекомендуемые).
2. В марке ЛаО-Г массовые доли примесей: окисей неодима, самария, европия, диспрозия, эрбия на уровне "не более  $1 \cdot 10^{-4}\%$ " гарантируются технологией и контролируются периодически не реже одного раза в шесть месяцев; массовая доля общего углерода на уровне "не более  $5 \cdot 10^{-2}\%$ " непосредственно после прокаливания продукта гарантируется технологией и контролируется периодически не реже одного раза в месяц.
3. В марке ЛаО-Д массовые доли примесей: окисей неодима, самария, диспрозия, эрбия на уровне "не более  $5 \cdot 10^{-4}\%$ " гарантируются технологией и контролируются периодически не реже одного раза в квартал.

Таблица 2

## Церия двуокись

Наименование показателя	Норма		
	Массовая доля примесей, %, не более		
	ЦеО-Д	ЦеО-Ж	ЦеО-Л
Празеодима окись	$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	-
Неодима окись	$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-1}$
Самария окись	$5 \cdot 10^{-4}$	-	-
Диспрозия окись	$5 \cdot 10^{-4}$	-	-
Эрбия окись	$5 \cdot 10^{-4}$	-	-
Ванадий	$5 \cdot 10^{-5}$	-	-
Железо	$3 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-2}$
Кобальт	$5 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	-
Марганец	$5 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	-
Медь	$5 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	-
Никель	$5 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	-
Титан	$5 \cdot 10^{-5}$	-	-
Хром	$5 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	-
Потери при прокаливании, %, не более	1	2	3
I7 6733 00I5 IO I7 6733 00I7 08 I7 67330022 00			

Примечание. Условное определение содержания основного вещества приведено в приложениях I, 2 (рекомендуемые).

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

ТУ 48-4-523-90

Лист

Таблица 3

## Празеодима окись

Наименование показателя	Норма		
	Массовая доля примесей, %, не более		
	ПрО-Л	ПрО-М	ПрО-Н
Лантана окись	$1 \cdot 10^{-2}$	-	-
Церия двуокись	$1 \cdot 10^{-2}$	-	-
Неодима окись	$1 \cdot 10^{-1}$	-	-
Сумма лантана, церия, неодима окисей	-	$5 \cdot 10^{-1}$	1,0
Кальций	$1 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$
Железо	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
Медь	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
Кремний	$1 \cdot 10^{-2}$	-	-
Хлор	$5 \cdot 10^{-2}$	-	-
Потери при прока- ливании, %, не бо- лее	1	1,5	1,5
Код ОКП	I7 6734 0022 06 I7 6734 0023 05 I7 6734 0024 04		

Примечание. Условное определение содержания основного вещества  
приведено в приложениях I,2 (рекомендуемые).

Таблица 4

Неодима окись

Наименование показателя

Норма

Массовая доля примесей, %, не более

НО-Е	НО-Ж	НО-Л	НО-М
Церия двуокись	$5 \cdot 10^{-3}$	-	-
Празеодима окись	$5 \cdot 10^{-3}$	-	-
Самария окись	$2 \cdot 10^{-3}$	-	-
Диспрозия окись	$2 \cdot 10^{-3}$	-	-
Эрбия окись	$2 \cdot 10^{-3}$	-	-
Сумма лантана, церия, празеодима, самария окисей	-	$1 \cdot 10^{-1}$	$5 \cdot 10^{-1}$
Ванадий	-	-	-
Железо	$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$
Кальций	$2 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$
Кобальт	$1 \cdot 10^{-4}$	-	-
Марганец	$1 \cdot 10^{-4}$	-	-
Медь	$1 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$

Продолжение табл. 4

Наименование показателя	Норма			
	Массовая доля примесей, %, не более			
	НО-Е	НО-Ж	НО-Л	НО-М
Никель	5.10 <sup>-5</sup>	1.10 <sup>-4</sup>	-	-
Титан	5.10 <sup>-5</sup>	-	-	-
Хром	5.10 <sup>-5</sup>	-	-	-
Потери при прокат- ливании, %, не более	2	2	2	2
Код ОКП	17 6735 0016 10	17 6735 0017 09	17 6735 0022 01	17 6735 0023 00

Примечания: 1. Условное определение содержания основного вещества приведено в приложениях 1, 2 (рекомендуемые).

2. В марках НО-Е, НО-Ж массовая доля окиси лантана на уровне "не более 1.10<sup>-3</sup>%" гарантируется технологией и контролируется периодически не реже одного раза в квартал.

Самария окись

Таблица 5

Наименование показателя

Норма

Массовая доля примесей, %, не более

СмО-Е СмО-Ж СмО-Л СмО-М

Неодима окись

$1 \cdot 10^{-3}$

$5 \cdot 10^{-3}$

Европия окись

$1 \cdot 10^{-3}$

$5 \cdot 10^{-3}$

Гадолиния окись

$1 \cdot 10^{-3}$

$5 \cdot 10^{-3}$

Сумма неодима, европия, гадолиния окисей

-

$1 \cdot 10^{-1}$

$5 \cdot 10^{-1}$

Кальций

$1 \cdot 10^{-3}$

$5 \cdot 10^{-3}$

$5 \cdot 10^{-2}$

$5 \cdot 10^{-2}$

Железо

$5 \cdot 10^{-4}$

$1 \cdot 10^{-3}$

$1 \cdot 10^{-2}$

$1 \cdot 10^{-2}$

Медь

$5 \cdot 10^{-4}$

$1 \cdot 10^{-3}$

$1 \cdot 10^{-3}$

$5 \cdot 10^{-3}$

Кремний

$5 \cdot 10^{-3}$

$1 \cdot 10^{-2}$

-

-

Хлор

$1 \cdot 10^{-2}$

$5 \cdot 10^{-2}$

-

-

Потери при прокаливании, %, не более

1

1

2

2

Код ОКП

17 6736 0016 05

17 6736 0017 04

17 6736 0022 07

17 6736 0023 06

Примечание. Условное определение содержания основного вещества приведено в приложениях I, 2 (рекомендуемые).

## Европия окись

Наименование	Норма
показателя	Массовая доля примесей, %, не более

ЕвО-Ж

Церия двуокись	$5 \cdot 10^{-4}$
Неодима окись	$1 \cdot 10^{-3}$
Самария окись	$5 \cdot 10^{-3}$
Гадолиния окись	$5 \cdot 10^{-3}$
Кальций	$1 \cdot 10^{-2}$
Железо	$1 \cdot 10^{-3}$
Медь	$5 \cdot 10^{-4}$
Кремний	$1 \cdot 10^{-2}$
Хлор	$5 \cdot 10^{-2}$
Цинк	$1 \cdot 10^{-2}$
Потери при прокаливании, %, не более	I
Код ОКП	I7 6737 00I7 IO

Примечание. Условное определение содержания основного вещества приведено в приложениях I,2 ( рекомендуемые ).

инструктаж по безопасности труда с соответствующим оформлением в установленном порядке согласно ГОСТ 12.0.004.

2.11. Определение концентрации пыли в рабочей зоне помещений, где осуществляются работы с индивидуальными окисями РЗМ, проводят фотометрическим методом в соответствии с обязательным приложением 3 к настоящим техническим условиям или прямым гравиметрическим методом по методике, утвержденной Минздравом СССР.

2.12. В случае просыпки окисей РЗМ необходимо собрать их и поместить в сборник отходов из полиэтилена с плотно закрывающейся крышкой.

2.13. При выполнении анализов окисей РЗМ следует соблюдать требования безопасности, указанные в технологической документации.

2.14. Работающие с окисями РЗМ должны быть обеспечены санитарно-бытовыми помещениями согласно СНиП 2.09.04-87 по группе Iб производственных процессов.

### 3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Окиси редкоземельных металлов принимают партиями.

Партией считают количество окиси РЗМ одной марки, полученное в результате одного или нескольких технологических циклов при обязательном перемешивании и просеивании через сито из шелковой ткани № 29-76 по ГОСТ 4403 или из капроновой ткани № 29-76 по ОСТ 17-46.

3.2. Каждая партия или часть партии окиси РЗМ, отгружаемая отдельному потребителю, должна сопровождаться документом о качестве (сертификатом), который содержит:

наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

наименование окиси или ее химическую формулу.

марку окиси;

результаты проведенных анализов;

номер партии и дату изготовления;

массу партии, нетто, кг;

обозначение настоящих технических условий;

количество грузовых мест в партии, если их более одного;

штамп ОТК.

3.3. Масса партии каждой окиси РЗМ приведена в табл. 7.

Таблица 7

Наименование окиси РЗМ	Масса партии, кг, не более
Лантана окись	500
Церия двуокись	500
Празеодима окись	200
Неодима окись	200
Самария окись	200
Европия окись	100

#### 3.4. Методы анализа

3.4.1. Для контроля качества окисей РЗМ пробу отбирают по ГОСТ 3885, раздел I,2.

Допускается пробы отбирать от каждого тарного места титановым пробоотборником из трех точек, погружая его на всю глубину опробуемого продукта.

Масса точечной пробы должна быть не менее 100 г.

Точечные пробы объединяют, тщательно перемешивают методом кольца и конуса или каким-либо другим методом.

3.4.2. Объединенную пробу сокращают квартованием или каким-либо другим способом до размера готовой пробы массой не менее 100 г; при массе партии окиси РЗМ менее 3 кг - масса готовой пробы должна быть не менее 40 г.

3.4.3. Готовую пробу делят на две равные части и каждую часть пробы помещают в стеклянную банку с притертой пробкой или в двойной

пакет из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354, марки М,Т,СК,Н неокрашенной, который заваривают, или в пакет из кальки по ГОСТ 892, который вкладывают в полиэтиленовый пакет, и после упаковки пробы полиэтиленовый пакет заваривают; или в полиэтиленовый пакет, который после упаковки пробы заваривают и вкладывают в пакет из кальки по ГОСТ 892.

Пакеты и банки должны быть чистыми.

3.4.4. На каждую банку наклеивают этикетку с указанием:  
наименования окиси или ее химической формулы,  
марки окиси;  
номера пробы;  
даты отбора пробы;  
номера партии;  
обозначения настоящих технических условий.

В случае упаковки пробы в двойной полиэтиленовый пакет, этикетку помещают между слоями пакета.

При упаковке пробы в пакет из кальки или в полиэтиленовый пакет, вкладываемый в пакет из кальки, данные этикетки допускается указывать на пакете из кальки.

3.4.5. Одну часть пробы (лабораторную) передают в лабораторию для анализа, другую (контрольную) хранят в ОТК предприятия-изготовителя в течение шести месяцев на случай контрольного анализа.

3.4.6. Определение массовых долей примесей проводят по ГОСТ 23862.0÷ГОСТ 23862.36, ГОСТ 22720.3.

Определение потери при прокаливании и остаточной радиоактивности в окисях РЗМ проводят по методикам, приведенным в обязательных приложениях 4,5 к настоящим техническим условиям.

При получении неудовлетворительных результатов анализа окиси РЗМ, хотя бы по одному из показателей, проводят повторный анализ по всем показателям качества из пробы, взятой от удвоенного количества единиц продукции, отобранных от той же партии или от удвоенного

количества точечных проб, взятых из тех же мест упаковки – при отборе проб от каждого тарного места той же партии.

Результаты повторного анализа являются окончательными и распространяются на всю партию.

3.4.7. Внешний вид окисей РЗМ определяют визуально.

3.4.8. Отсутствие инородных (механических) включений в окисях РЗМ определяют методом просева пробы окиси РЗМ массой не менее 100 г через контрольное сито из шелковой ткани № 29 по ГОСТ 4403 или из капроновой ткани №29 по ОСТ 17-46.

Остатка на сите не должно быть.

#### 4. ФАСОВКА,УПАКОВКА,МАРКИРОВКА,ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

##### 4.1. Фасовка и упаковка.

4.1.1. Фасовка и упаковка окисей РЗМ проводится по ГОСТ 3885, разделы 3,4 и требованиям настоящих технических условий.

Окись РЗМ, поставляемую на экспорт, упаковывают с учетом требований заказ-нарядов внешнеторговых организаций.

Перефасовка окисей РЗМ не допускается; при необходимости разрешается перефасовка в специальных условиях, исключающих загрязнение продукта: вскрывать в боксе с вытяжкой; работать в резиновых перчатках; посуда и мелкий инвентарь должны быть из оргстекла или пластмассы.

4.1.2. Виды потребительской тары устанавливают в соответствии с требованиями табл. 8.

Применяют мешки полиэтиленовые по ГОСТ 17811, мешки из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354 марки М,Т,СК,Н, неокрашенной толщиной не менее 0,15 мм, изготовленные по чертежам предприятия, утвержденным в установленном порядке и по своим прочностным характеристикам отвечающие требованиям ГОСТ 17811; допускается для фасовки продукта массой не более 1000 г применять толщину полиэтиленовой пленки не менее 0,05 мм; мешки-вкладыши пленочные по ГОСТ 19360; канистры по-

лиэтиленовые по ОСТ 6-19-35 или емкости полиэтиленовые; мешки бумажные по ГОСТ 2226, марки НМ, ВМ; бумагу упаковочную по ГОСТ 8828, ГОСТ 9569, ГОСТ 2228 марки В-70, В-78, П-20.

Применение стеклянной тары для упаковывания продукции, поставляемой отрасли стекловарения, не допускается.

Потребительская тара должна быть чистой и сухой.

Таблица 8

Виды потребительской тары

Наименование окиси редко-земельного металла	Группа фасовки	Условное обозначение тары, применяемой для	
		обычного хранения	длительного хранения
Лантана окись У, УІ, УП		2-І, 9-І, ІІ-І, ІІ-6, 6-І	2-9, 9-І, ІІ-І, ІІ-6
Церия дво-окись У, УІ, УП		2-І, 9-І, ІІ-І, ІІ-5, ІІ-6, 6-І	2-9, 9-І, ІІ-І, ІІ-6
Празеодима окись ІУ, У, УІ, УП		2-І, 2-9, 9-І, ІІ-І, ІІ-5, ІІ-6, 6-І	2-9, 9-І, ІІ-І, ІІ-6
Неодима окись У, УІ, УП		2-І, 9-І, ІІ-І, ІІ-6, 6-І	2-9, 9-І, ІІ-І, ІІ-6
Самария окись ІУ, У, УІ, УП		2-І, 9-І, ІІ-І, ІІ-5, ІІ-6, 6-І	2-9, 9-І, ІІ-І, ІІ-6
Европия окись ІІ, ІІІ, ІУ, У, ІУ, УП		2-І, 2-9, 9-І, ІІ-І, ІІ-5, ІІ-6, 6-І	2-9, 9-І, ІІ-І, ІІ-6

4.І.3. Окиси РЗМ, упакованные в потребительскую тару, помещают в транспортную тару.

В качестве транспортной тары применяют:

стальные барабаны по ГОСТ 5044, исполнения Б, В, вместимостью 10-100 дм<sup>3</sup>;

стальные фляги по ГОСТ 5037 или выпускаемые по другому нормативно-техническому документу, утвержденному в установленном порядке, по своим прочностным характеристикам отвечающие требованиям ГОСТ 5037

металлические поддоны ящичного типа по ОСТ 63.30, которые являются возвратной тарой;

деревянные ящики по ГОСТ 18573 типов ІІ-І, ІІІ-І, УІ или по нор-

мативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке, типов I, II, III-I по ГОСТ 2991, типа VI по ГОСТ 5959, размеры ящиков выбирают по ГОСТ 21140;

мешки льно-джуто-кенафные с основой из вискозных нитей по ГОСТ 18225 или мешки полипропиленовые по ТУ 17 УССР 3698 или из другого синтетического материала (по своим прочностным характеристикам отвечающие ГОСТ 18225, ТУ 17 УССР 3698) с последующей перевозкой по п. 4.3.2.

4.1.4. При упаковывании продукта внутренняя поверхность стального барабана, стальной фляги должна быть выложена полиэтиленовой пленкой по ГОСТ 10354, марки М, Т, СК, Н, неокрашенной, толщиной не менее 0,08 мм или мешком-вкладышем пленочным по ГОСТ 19360; внутренняя поверхность деревянного ящика и металлического поддона-упаковочной бумагой по ГОСТ 8828, ГОСТ 9569, ГОСТ 2228 марки В-70, В-78, П-20 или полиэтиленовой пленкой по ГОСТ 10354 марки М, Т, СК, Н, неокрашенной, толщиной не менее 0,08 мм или мешком-вкладышем пленочным по ГОСТ 19360.

4.1.5. Полиэтиленовые мешки и бумажные мешки вкладывают в транспортную тару до заполнения продуктом или после заполнения, мешки-вкладыши предварительно вкладывают в транспортную тару, а затем заполняют продуктом.

После затаривания продукта полиэтиленовые мешки и мешки-вкладыши заваривают или плотно завязывают; бумажные мешки плотно завязывают или прошивают машинным способом; мешки льно-джуто-кенафные, полипропиленовые или из другого синтетического материала зашивают машинным способом.

4.1.6. Окиси лантана и неодима, предназначенные для закладки на длительное хранение, должны быть упакованы в два полиэтиленовых мешка или в два мешка-вкладыша, вложенных один в другой, которые помещают в стальной барабан, стальную флягу, полиэтиленовую канистру, полиэтиленовую емкость.

4.1.7. Окиси РЗМ (кроме лантана и неодима), предназначенные для закладки на длительное хранение, упаковывают одним из трех способов:

первый - в один полиэтиленовый мешок или мешок-вкладыш, который помещают в тару, перечисленную в п. 4.1.6;

второй - в два полиэтиленовых мешка, вложенных один в другой, которые помещают в деревянный ящик;

третий - в полиэтиленовые банки типа 2-9, которые помещают с прокладочным материалом в деревянный ящик;

4.1.8. Для дополнительной герметизации потребительской тары - потребительских канистр и полиэтиленовых емкостей применяют оклейку крышек полимерной лентой или под крышку помещают резиновые прокладки.

Допускается обвязка крышек полиэтиленовой пленкой.

4.1.9. При отгрузке потребителю продукта, находящегося на длительном хранении в полиэтиленовых емкостях, канистрах или банках, производят переупаковку согласно п. 4.1.1 настоящих технических условий.

4.1.10. При транспортировании воздушным транспортом окиси лантана и неодима должны быть упакованы в два полиэтиленовых мешка, вложенных один в другой, которые помещают в стальной барабан или стальную флягу.

Окиси РЗМ (кроме лантана и неодима) должны быть упакованы: в один полиэтиленовый мешок, который помещают в стальной барабан или стальную флягу; или в два полиэтиленовых мешка и деревянный ящик типа Ш-1; или в один полиэтиленовый мешок, бумажный мешок и деревянный ящик типа Ш-1.

4.1.11. При транспортировании железнодорожным и автомобильным видами транспорта окиси лантана и неодима должны быть упакованы в два полиэтиленовых мешка, вложенных один в другой, которые помещают в транспортную тару - стальной барабан, стальную флягу, дере-

ВЯННЫЙ ЯЩИК.

При транспортировании в универсальных металлических среднетоннажных контейнерах в качестве транспортной тары допускается применять мешки льно-джуто-кенафные с основой из вискозных нитей или мешки из синтетических материалов.

Окиси РЗМ (кроме лантана и неодима) должны быть упакованы в один полиэтиленовый мешок, который помещают в транспортную тару, перечисленную в п. 4.1.3. В случае использования в качестве транспортной тары мешков льно-джуто-кенафных или из синтетических материалов продукт должен быть упакован в два полиэтиленовых мешка.

#### 4.2. Маркировка

4.2.1. На каждую единицу потребительской тары наклеивают или помещают между слоями полиэтиленового мешка этикетку с указанием:

- наименования предприятия-изготовителя или его товарного знака;
- наименования окиси или ее химической формулы;
- марки окиси;
- номера партии;
- массы, нетто, кг;
- даты изготовления;
- обозначения настоящих технических условий;
- штампа ОТК.

Допускается наносить маркировку трафаретным способом непосредственно на потребительскую тару.

4.2.2. Транспортная маркировка - по ГОСТ 14192, ГОСТ 19433.

Кроме того, наносится маркировка, содержащая данные об упаковке окиси:

- наименование окиси;
- номер партии.

При транспортировании железнодорожным и автомобильным видами транспорта окиси лантана и неодима в соответствии с ГОСТ 19433 относятся к классу 9, подклассу 9.1.

Окиси РЗМ ( кроме лантана и неодима ) относятся к неопасным грузам и по ГОСТ 19433 не классифицируются.

При транспортировании воздушным транспортом окиси РЗМ в соответствии с " Правилами воздушной перевозки опасных грузов", утвержденными от 26.12.87 г. № 370/301 относятся к классу 9 ( Москва, " Воздушный транспорт", 1988 г. ).

На каждую транспортную тару с грузом наносят манипуляционный знак: " Боится сырости".

Кроме того, на транспортную тару с опасным грузом наносят знак опасности: в верхнем треугольнике знака - чередующиеся равноотстоящие черные и белые полосы, в нижнем углу треугольника - номер класса " 9".

При поставке продукта на длительное хранение маркировка наносится несмываемой краской непосредственно на тару.

4.2.3. В каждое грузовое место должен быть вложен упаковочный лист из плотной бумаги, помещенный в полиэтиленовый пакет, с указанием:

наименования предприятия-изготовителя или его товарного знака;

наименования окиси или ее химической формулы;

марки окиси;

номера партии и даты изготовления;

массы , нетто, кг;

обозначения настоящих технических условий;

фамилии или номера упаковщика;

штампа ОТК.

4.3. Транспортирование

4.3.1. Окиси РЗМ транспортируют воздушным, железнодорожным и автомобильным видами транспорта в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки и условиями погрузки и крепления грузов, действующими на транспорте данного вида.

Перевозка окисей РЗМ воздушным транспортом производится в соответствии с правилами воздушной перевозки опасных грузов.

4.3.2. Груз по железной дороге перевозится в крытых вагонах мелкими отправлениями в пакетированном виде и в универсальных среднетоннажных контейнерах по ГОСТ 18477 и ГОСТ 20435.

Мешки с продуктом должны перевозиться в ящичных поддонах (кроме окисей лантана и неодима), универсальных среднетоннажных контейнерах или деревянных ящиках с последующим пакетированием ящиков.

Ящичные поддоны и универсальные среднетоннажные контейнеры должны загружаться с полным использованием их вместимости (грузоподъемности).

Пакетирование и транспортирование продукта в пакетах должно осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 24597 и ГОСТ 21650.

#### 4.4. Хранение

4.4.1. Окиси РЗМ должны храниться в упакованном виде по пп.

4.1.10, 4.1.11 настоящих технических условий в крытых сухих вентилируемых складских помещениях поставщика (потребителя).

Запрещается совместное хранение окисей РЗМ с минеральными кислотами, а для окисей лантана и неодима — и с водой.

4.4.2. При закладке на длительное хранение окиси РЗМ должны храниться в отопляемых складских помещениях при температуре не ниже  $+10^{\circ}\text{C}$  и относительной влажности воздуха не выше 70%.

### 5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

Изготовитель гарантирует соответствие окисей РЗМ требованиям настоящих технических условий при соблюдении условий транспортирования и хранения.

ТУ 48"-4-523-90

Гарантийные сроки хранения окисей РЗМ при соблюдении п.4.4.2  
настоящих технических условий:

лантана, неодима	- 5 лет
празеодима, самария, европия	- 8 лет
церия	-15 лет

УСЛОВНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОСНОВНОГО ВЕЩЕСТВА  
В ОКИСЯХ РЗМ

Содержание основного вещества (X) в процентах определяют условно по формуле

$$X = \frac{100-(a+b+c)}{100-(a + b)} \cdot 100 ,$$

где а - величина потери при прокаливании,%;

в - сумма массовых долей контролируемых редкоземельных примесей,%;

с - сумма массовых долей окисей контролируемых редкоземельных металлов,%.

## Рекомендуемое

ЧИСЛЕННОЕ ЗНАЧЕНИЕ И УСЛОВНОЕ ОБОЗНАЧЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОСНОВНОГО ВЕЩЕСТВА ПО МАРКАМ

Численное значение и условное обозначение содержания основного вещества, %, в зависимости от степени очистки от окисей контролируемых редкоземельных металлов, %

$5.10^{-5}$	$1.10^{-4}$	$5.10^{-4}$	$1.10^{-3}$	$5.10^{-3}$	$1.10^{-2}$	$5.10^{-2}$	$1.10^{-1}$	$5.10^{-1}$
-------------	-------------	-------------	-------------	-------------	-------------	-------------	-------------	-------------

ЛаО-Г	99,99877 4/5			
ЛаО-Д	99,99639 4/5			
ЛаО-Ж		99,97915 3/5		
ЛаО-Л			99,89577 2/5	
ЦеО-Д	99,99646 4/5			
ЦеО-Ж		99,98979 3/5		
ЦеО-Л			99,7937 2/5	
ПрО-Л			99,87868 2/5	
ПрО-М				99,49202

## Продолжение приложения 2

Численное значение и условное обозначение содержания основного вещества, % в зависимости от степени очистки от окисей контролируемых редкоземельных металлов, %

5.10 <sup>-6</sup>	1.10 <sup>-4</sup>	5.10 <sup>-4</sup>	1.10 <sup>-3</sup>	5.10 <sup>-3</sup>	1.10 <sup>-2</sup> 5.10 <sup>-2</sup>	1.10 <sup>-1</sup>	5.10 <sup>-1</sup>	1
--------------------	--------------------	--------------------	--------------------	--------------------	--	--------------------	--------------------	---

$$\Pi_0 \mathbf{O}^{\dagger} \Pi$$

98,98404  
iN5

HO-E

68766 66  
4

 $\text{HO}-\text{CH}$ 

99,98162  
3.25

HO-II

99,89792  
2.25

HO-M

99, 48963

CMO-E

99,99696  
4N

CMO-III

99,98483  
3,25

CMO-JI

99,89789  
2.25

CMO-M

99 48945  
22

BO-11

99,98837  
3.25

МЕТОДИКА ФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕДКОЗЕМЕЛЬНОГО  
КОМПОНЕНТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Настоящая методика устанавливает фотометрический метод определения редкоземельного компонента в воздухе рабочей зоны в интервале массовых долей от 0,5 до 10 мг/м<sup>3</sup> (в пересчете на окись).

Метод основан на аспирации воздуха через фильтр, переведенный в раствор и последующем фотометрическом определении РЗМ с арсеназо.

## I. Общие требования

Общие требования к методу анализа – по ГОСТ 23862.0.

2. Аппаратура, вспомогательные устройства,  
реактивы, материалы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство .

Фильтры АФА-ХА.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Стаканы химические по ГОСТ 25336.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 25, 100 и 500 см<sup>3</sup>.

Пипетки по ГОСТ 20292 вместимостью 1, 2, 5 и 10 см<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 14261.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, водный раствор с концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота хлорная по ТУ 6-09-2878.

Кислота азотная по ГОСТ 11125.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Уротропин по ГОСТ 1381, водный раствор с концентрацией 200 г/дм<sup>3</sup>.

Арсенazo I по ТУ 6-09-4729, водный раствор с концентрацией 0,5 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий фосфорнокислый, двузамещенный по ГОСТ 4172, водный раствор с концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>.

Окиси РЗМ по настоящим техническим условиям.

### 3. Подготовка к выполнению анализа

#### 3.1. Отбор проб воздуха

Воздух со скоростью 20 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через фильтр. Для выполнения одного определения содержания аэрозоля РЗМ в воздухе рабочей зоны следует отобрать 200 дм<sup>3</sup> воздуха.

#### 3.2. Приготовление растворов

##### 3.2.1. Раствор церия (основной)

Навеску двуокиси церия массой 0,0500 г смачивают несколькими каплями воды, приливают 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 2 см<sup>3</sup> пергидроля, перемешивают на холоду, стакан накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании. В раствор вводят 1 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и упаривают содержимое стакана до влажных солей. Остаток растворяют в 0,1 моль/дм<sup>3</sup> растворе соляной кислоты и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Раствор в колбе доводят до метки 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 100 мкг двуокиси церия.

##### 3.2.2. Раствор церия (рабочий)

Раствор церия (рабочий), содержащий 10 мкг/см<sup>3</sup> двуокиси церия, готовят разбавлением основного раствора 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором соляной кислоты в 10 раз.

##### 3.2.3. Раствор РЗМ (кроме церия) — основной.

Навеску окиси РЗМ массой 0,0500 г смачивают несколькими каплями воды, приливают 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании. Раствор упаривают до влажных солей, остаток растворяют в 0,01

моль/дм<sup>3</sup> растворе соляной кислоты и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Раствор в колбе доводят до метки 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 100 мкг окиси РЗМ.

3.2.4. Раствор РЗМ (кроме церия) – рабочий.

Раствор РЗМ (рабочий), содержащий 10 мкг/см<sup>3</sup> окиси РЗМ, готовят разбавлением основного раствора 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствором соляной кислоты в 10 раз.

### 3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup> вводят 0; 0,5; 1,0; 2,0 и 3,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора соответствующего РЗМ, разбавляют до 10 см<sup>3</sup> водой, вводят 0,5 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, 3 см<sup>3</sup> раствора арсеназо I; 4 см<sup>3</sup> раствора уротропина, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют при 570 нм в кювете с длиной оптического пути 50 мм.

В качестве раствора сравнения применяют первый из этих растворов.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам РЗМ строят градуировочный график.

## 4. Выполнение анализа

4.1. Фильтр АФА-ХА вынимают из патрона, помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании.

Содержимое стакана упаривают до влажных солей, охлаждают и с помощью 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты остаток переводят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Раствор в колбе (с возможным осадком) доводят до метки 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствором соляной кислоты и перемешивают.

#### 4.2. Фотометрическое определение .

Аликвотную часть отфильтрованного раствора 0,2–2 см<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 10 см<sup>3</sup>, вводят 0,5 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, 3 см<sup>3</sup> раствора арсеназо I; 4 см<sup>3</sup> раствора уротропина, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность измеряют при 570 нм в кювете с длиной оптического пути 50 мм относительно раствора сравнения, содержащего те же количества анализируемого раствора и реактивов, в который дополнительно вводят 0,5 см<sup>3</sup> раствора двузамещенного фосфата натрия.

Массу РЗМ в растворе определяют по соответствующему градуировочному графику (п. 3.3).

#### 5. Обработка результатов

Массовую долю окиси РЗМ (X) в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 25}{V_1 \cdot V_2 \cdot 1000},$$

где  $m$  – масса окиси РЗМ, найденная по градуировочному графику, мг

$V_1$  – объем аликвотной части анализируемого раствора, см<sup>3</sup>

$V_2$  – объем воздуха, отобранный для анализа, м<sup>3</sup>.

Анализ выполняют из двух независимых аликвотных частей раствора пробы.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, проведенных из отдельных аликвотных частей раствора пробы.

Допускаемые расхождения (разность большего и меньшего двух результатов параллельных фотометрических определений с доверительной вероятностью  $P=0,95$ ) не должны превышать величин, указанных в таблице.

Таблица

Массовая доля РЗМ в растворе, мкг/см <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение двух параллельных определений мкг/см <sup>3</sup>
--	--

4,0	1,0
10,0	2,0
30,0	5,0
80	8,0

Допускаемые расхождения для промежуточных значений массовых долей рассчитывают методом линейной интерполяции.

#### 6. Контроль точности фотометрического определения

Для контроля точности фотометрического определения используют метод варьирования аликвотных частей анализируемого раствора.

Для этого из одного и того же ранее проанализированного раствора отбирают, например, две аликвотные части объемом 0,5 см<sup>3</sup> и две аликвотные части объемом 1,0 см<sup>3</sup>, далее проводят все операции анализа по п. 4.2.

Результаты анализа считают правильными, если расхождения между результатами анализа, вычисленных как среднее арифметическое двух параллельных определений из аликвотных частей объемом 0,5 см<sup>3</sup> и 1,0 см<sup>3</sup>, не превышают значения допускаемого расхождения, приведенного в таблице.

## I. Аппаратура и материалы

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Навеску окиси РЗМ массой 1 г, взвешенную с погрешностью 0,0002 г, помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи при 850–900°C до постоянной массы. Тигель с окисью РЗМ охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

3.1. Массовую долю потери при прокаливании (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100,$$

$m_2$  – масса навески окиси РЗМ после прокаливания, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, проведенных из отдельных навесок.

3.2. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений и между результатами двух анализов (кроме окиси лантана) с доверительной вероятностью  $P=0,95$  не должны превышать величин, указанных в таблице.

Массовая доля потери при  
прокаливании, абс. %

Допускаемое расхождение, %

0,1	0,10
0,5	0,12
1	0,14
2	0,19
3	0,24
4	0,28

Допускаемые расхождения для промежуточных значений массовых долей потерь при прокаливании рассчитывают методом линейной интерполяции по данным таблицы.

3.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа проводят повторный анализ в соответствии с п. 3.4.6 настоящих технических условий.

Изм. № подл. Подп. и дата

Взам. инв. № Инв. № дубл. Подп. и дата

ТУ 48-4-523-90

Лист

33

Изм. Лист № докум. Подп. Дата

# МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНОЙ РАДИОАКТИВНОСТИ В ОКИСЯХ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ

Метод основан на радиометрическом определении остаточной радиоактивности актиния- 227 в окиси лантана, а также других естественных радионуклидов в окисях других РЗМ.

При этом учитывается, что радионуклиды могут находиться в состоянии нарушенного радиоактивного равновесия.

Предусмотрено два способа выполнения радиометрического анализа: интегральный счет бета-частиц на торцевых счетчиках и гамма-спектральное измерение интенсивности квантов гамма-излучения на полупроводниковых счетчиках с высоким разрешением фотопиков.

Способы взаимозаменяемы и применяются в зависимости от обеспеченности предприятия соответствующей радиометрической аппаратурой.

По интегральному бета-счету по результатам трех измерений одной и той же пробы рассчитывают концентрацию равновесного актиния - 227.

Для определения остаточной радиоактивности в окисях других РЗМ выполняют одно измерение.

При гамма-спектральных измерениях не менее двух раз определяют интенсивность фотопиков в области энергий ближайшего продукта распада актиния-227-тория-227 (  $RaAc$  ) - 0,236 и 0, 256 МэВ. Интервалы между измерениями выбирают в зависимости от активности препарата. Общая продолжительность анализа - 10-15 дней.

Методы относительные.

В качестве стандартного образца сравнения при интегральном бета-счете используют государственный, отраслевой или любой другой освидетельствованный образец тория, при гамма-спектральных определениях - стандартный образец предприятия (СОП) - "актиния-227".

Изм. № подл. Подп. и дата Изм. № дубл. Подп. и дата Инв. № дубл. Подп. и дата

Результат анализа выражают в эквивалентных процентах тория.

# I. Аппаратура, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

## I.1. Бета-измерения

Установка для измерения образцов по бета-излучению, состоящая из блока детектирования с торцовым счетчиком СБТ-13, блока регистрации импульсов ПСО 2-4 и блока высоковольтного стабилизированного напряжения ВСВ-1500 или аналогичная.

Чашки из оргстекла или стеклянные диаметром 30 мм, глубиной 10 мм.

Стандартный образец тория № 24 с содержанием равновесного тория 1,055%, ГСО 4116 -87, ГСО 1992-80.

## I.2. Гамма-спектральные измерения

Германий-литиевый детектор ДГК объемом не менее 50 см<sup>3</sup> и разрешением по кобальту-60 не более 3,5 кэВ.

Спектрометрическая установка, в комплект которой входят: анализатор импульсов МТА-1024, блок детектирования БДБСЗ-10М со свинцовой защитой, цифровая печать УБЦ2-95, источник питания БНВ-3-05.

Устройство для обработки результатов гамма измерений - ЭВМ ЕМС-666В.

Чашки из оргстекла цилиндрические (фигурные) диаметром 70 мм, высотой 90 мм, внутренний диаметр чашки - 50 мм, внутренняя высота - 44 мм, толщина стенок - 2 мм.

Весы аналитические.

Образцовые спектрометрические гамма-источники (ОСИ).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Стандартный образец предприятия-актиний-227. Аттестованная характеристика - концентрация актиния - 227-4,6.10<sup>-10</sup> Ки/г.

Печь муфельная с терморегулятором.

Эксикатор с хлористым кальцием по ГОСТ 25336.

Изм. № подл. Подл. и дата  
Изм. № Инв. № дубл. Подл. и дата  
Изм. № Инв. № дубл. Подл. и дата  
Изм. № Инв. № дубл. Подл. и дата

## 2. Подготовка к проведению анализа

Пробы, поступающие на анализ (массой не менее 100 г), должны быть прокалены при температуре 900–950°C. Проверка представительности проб настоящей методикой не предусматривается. Пробы до и после измерений хранят в полиэтиленовых пакетах в вытяжном шкафу.

При бета-измерениях пробу насыпают в чашку и выравнивают верхнюю поверхность излучающего слоя.

При гамма-спектральных измерениях пробу насыпают в чашку из оргстекла до установленного объема, выравнивают верхнюю поверхность и взвешивают с погрешностью  $\pm 1,0$  г.

В промежутках между измерениями пробы хранят в эксикаторе.

Подготовку счетной установки или гамма-спектрометра к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Перед измерениями проб производят калибровку спектрометра с использованием источников ОСГИ, а также проверку стабильности работы спектрометрической установки.

## 3. Проведение анализа и обработка результатов

При бета-измерениях окиси лантана выполняют три измерения пробы в "толстом" слое на счетной установке.

Расчет общей активности актиния-227 и равновесных с ним продуктов распада проводят по формуле

$$Q_{\beta}^{\infty} = \frac{N^{\infty} - N_{\phi}}{N_{CO} - N_{\phi}} \cdot Q_{CO}, \quad (I)$$

где  $Q_{\beta}^{\infty}$  – активность препарата, экв.% тория;

$N_{CO}$  – скорость счета импульсов стандартного образца, имп/мин.

$N_{\phi}$  – скорость счета фона, имп/мин.

$Q_{CO}$  – содержание тория в стандартном образце, %.

$N^{\infty}$  – скорость счета препарата при состоянии радиоактивного равновесия между актинием-227 и продуктами распада, имп/мин.

$$N^{\infty} = \frac{N_3 - N_2 \cdot [e^{-\lambda_{AcX} \cdot \Delta t} + e^{-\lambda_{RaAc} \cdot \Delta t}] + N_1 \cdot e^{-\lambda_{AcX} \cdot \Delta t} \cdot e^{-\lambda_{RaAc} \cdot \Delta t}}{(1 - e^{-\lambda_{AcX} \cdot \Delta t})(1 - e^{-\lambda_{RaAc} \cdot \Delta t})}, \quad (2)$$

где  $N_1, N_2, N_3$  - скорость счета бета-излучения при первом, втором и третьем измерении пробы, имп/мин;

$\lambda_{RaAc}, \lambda_{AcX}$  - постоянные распада радиоактивития и актиния-X;  
 $\Delta t$  - интервал времени между измерениями, дни,

При бета-измерениях интервал  $\Delta t$  между вторым и третьим измерениями должен быть таким же, как и между первым и вторым измерениями ( $\Delta t = 5$ ).

При бета-измерениях окиси РЗМ (кроме окиси лантана) выполняют одно измерение через 3 дня после получения продукта. Расчет активности проводят по формуле

$$Q_{\beta} = \frac{N - N_{\phi}}{N_{Co} - N_{\phi}} \cdot Q_{Co}, \quad (3)$$

где  $Q_{\beta}$  - активность препарата, экв.% тория;

$N$  - скорость счета импульсов препарата, имп./мин.

При гамма-спектральных измерениях выполняют два измерения с интервалом 5-10 дней (в зависимости от величины первоначальной интенсивности). При каждом измерении определяют интенсивность фотопиков тория-227 ( $RaAc$ ) с энергией гамма-квантов 0,236 и 0,256 МэВ.

Активность актиния-227 в равновесии с продуктами распада рассчитывают по формуле

$$Q_{\gamma}^{\infty} = \frac{N_{\gamma}^{\infty} \cdot P_{Co}^{Ac}}{N_{Co}^{Ac} \cdot P_{пр}} \cdot Q_{Co}^{Ac} \cdot 4,5 \cdot 10^8, \quad (4)$$

где  $Q_{\gamma}^{\infty}$  - активность равновесного актиния-227, экв.% тория;

$N_{Co}^{Ac}$  - скорость счета импульсов в фотопиках 0,236 и 0,256 МэВ, имп/мин;

$P_{пр}, P_{Co}^{Ac}$  - масса, соответственно, пробы и стандартного образца, г

- $Q_{\text{Ac}}^{\text{Ac}}$  - концентрация актиния-227, в стандартном образце, Ки/г;  
 $N_{\gamma}^{\infty}$  - скорость счета импульсов фотопиков 0,236 и 0,256 МэВ при состоянии радиоактивного равновесия между актинием - 227 и продуктами распада, имп/мин;  
 $4,5 \cdot 10^8$  - коэффициент пересчета в эквивалентный процент тория.  
 $N_{\gamma}^{\infty}$  - рассчитывают по формуле

$$N_{\gamma}^{\infty} = N_1 + \frac{N_2 - N_1}{1 - e^{-\lambda \cdot \Delta t}}, \quad (5)$$

где  $N_1, N_2$  - скорость счета импульсов фотопиков 0,236, 0,256 МэВ при начальном и повторном измерении пробы, имп/мин.

$\Delta t$  - интервал времени между измерениями, дни;

$\lambda$  - постоянная распада дочернего продукта  $^{227}\text{Ac}$  - рарио-актиния.

Результаты анализа представляют в форме:  $Q \pm \Delta$ ,

где  $\Delta$  - показатель точности результатов анализа, приведенный в табл. I.

При соблюдении всех регламентируемых условий и проведении анализа в точном соответствии с методикой погрешность результата анализа не должна превышать значений  $\Delta$ , указанных в табл. I и 2.

Значения показателей точности результатов анализа для промежуточных величин (табл. I и 2) определяют методом линейной интерполяции.

Таблица I

Концентрация актиния, Ки/г	Показатель точности результатов анализа, Ки/г
$1 \cdot 10^{-10}$	$1,0 \cdot 10^{-10}$
$5 \cdot 10^{-10}$	$3,0 \cdot 10^{-10}$
$1 \cdot 10^{-9}$	$0,4 \cdot 10^{-9}$

Остаточная радиоактивность,  
Ки/гПоказатель точности  
результатов анализа, Ки/г $5 \cdot 10^{-12}$  $2,5 \cdot 10^{-12}$  $1 \cdot 10^{-11}$  $0,4 \cdot 10^{-11}$  $5 \cdot 10^{-11}$  $1,5 \cdot 10^{-11}$  $1 \cdot 10^{-11}$  $0,3 \cdot 10^{-11}$  $5 \cdot 10^{-10}$  $1,0 \cdot 10^{-10}$  $1 \cdot 10^{-9}$  $0,2 \cdot 10^{-9}$ 4. Контроль стабильности работы спектрометрической  
установки

Для проверки стабильности работы установки применяют статистические методы контроля, одним из которых является метод, основанный на доверительных пределах для размаха счета импульсов от препарата за равные промежутки времени.

Проверку стабильности установки проводят ежедневно, измеряя стандартный образец тория с содержанием равновесного тория 1,055%. Время единичного измерения — 1 мин, количество измерений ( $n$ ) — 10.

Среднее число импульсов за 1 мин варьируют в пределах 105–120.

"Отношение размаха" —  $R$  определяют по формуле

$$R = \frac{\mathcal{M}_i - \mathcal{M}}{\sigma},$$

где  $\mathcal{M}_i$  — максимальное число импульсов за 1 мин;

$\mathcal{M}$  — минимальное число импульсов за 1 мин;

$\sigma$  — среднее квадратичное отклонение при  $n = 10$ .

При  $R$  меньше  $R_{\text{крит.}}$  (равного 4,13 при  $n = 10$  и  $\sum \mathcal{M}_i > 400$  имп) работа установки стабильна.

## 5. Требования техники безопасности.

При проведении радиометрического анализа должны соблюдаться требования "Основных санитарных правил работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений (ОСП-72/87)" и "Норм радиационной безопасности (НРБ-76/87)".

# ПЕРЕЧЕНЬ

нормативно-технической документации, указанной  
в технических условиях

Номер НТД	Наименование НТД
ГОСТ 12.0.004-79	ССБТ. Организация обучения работающих безопасности труда. Общие положения.
ГОСТ 12.1.004-85	ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
ГОСТ 12.1.007-76	ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
ГОСТ 12.1.044-84	ССБТ. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения.
ГОСТ 12.4.010-75	ССБТ. Средства индивидуальной защиты. Рукавицы специальные. Технические условия.
ГОСТ 12.4.013-85	ССБТ. Очки защитные. Общие технические условия.
ГОСТ 12.4.021-75	ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования.
ГОСТ 12.4.028-76	ССБТ. Респираторы ШБ-I "Лепесток". Технические условия.
ГОСТ 892-70	Калька бумажная натуральная. Технические условия.
ГОСТ 1381-73	Уротропин технический. Технические условия.
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия.

Номер НТД

Наименование НТД

ГОСТ 2226-88	Мешки бумажные. Технические условия.
ГОСТ 2228-81	Бумага мешочная. Технические условия.
ГОСТ 2991-85	Ящики дощатые неразборные для грузов массой до 500 кг. Общие технические условия.
ГОСТ 3885-73	Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка и маркировка.
ГОСТ 4172-76	Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия.
ГОСТ 4204-77	Кислота серная. Технические условия.
ГОСТ 4403-77	Ткани шелковые для сит. Технические условия.
ГОСТ 4478-78	Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия.
ГОСТ 5037-78	Флаги металлические для молока и молочных продуктов. Технические условия.
ГОСТ 5044-79	Бараны стальные тонкостенные для химических продуктов. Технические условия.
ГОСТ 5959-80	Ящики из листовых древесных материалов неразборные для грузов массой до 200 кг. Общие технические условия.
ГОСТ 8828-75	Бумага двухслойная упаковочная. Общие технические условия.
ГОСТ 9147-80	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.
ГОСТ 9569-79	Бумага парафинированная. Технические условия.
ГОСТ 10354-82	Пленка полиэтиленовая. Технические условия.
ГОСТ 10929-76	Водорода пероксид. Технические условия.
ГОСТ 11125-84	Кислота азотная особой чистоты. Технические

ТУ 48-4-523-90

Лист  
42

Изм. Лист № докум. Подп. Дата



Номер НТД	Наименование НТД
ГОСТ 24597-81	Пакеты тарно-штучных грузов. Основные параметры и размеры.
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.
ОСТ 6-19-35-81	Канистры полиэтиленовые. Технические условия.
ОСТ 17-46-82	Капроновые ткани для сит. Технические условия.
ОСТ 63.30-78	Поддоны ящичные металлические для штучных грузов.
ТУ 6-09-2878-84	Реактивы. Кислота хлорная чистый, чистый для анализа, химически чистый.
ТУ 6-09-4729-79	Реактивы. Арсеназо I.
ТУ 17 УССР 3698-84	Мешки полипропиленовые для руды. Технические условия.
СанПиН № 4613-88	Общесоюзные санитарно-гигиенические и санитарно-противоэпидемические правила и нормы.
СНиП 2.09.04-87	Строительные нормы и правила. Административные и бытовые здания.
ОСП-72/87	Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений,
НРБ-76/87	Нормы радиационной безопасности.

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

ТУ 48-4-523-90

Лист  
44

## КАТАЛОЖНЫЙ ЛИСТ ПРОДУКЦИИ

Код ИСМ

01

200

Группа КТС

02

114

Регистрационный  
номер

03

303899/01  
021957/01

Код ОКП

11

Наименование продукции по ТУ

12

Обозначение продукции по ТУ

13

Обозначение ТУ (взамен)

14

ТУ 48-4-523-90, изменение №1

Наименование ТУ

15

Код предприятия-изготовителя по ОКПО

16

Наименование предприятия-изготовителя

17

Адрес предприятия-изготовителя  
(индекс, город, улица, дом)

18

Телефон

19

Телеракс

20

Телеткс

21

Телестойл

22

Наименование держателя подлинника ТУ

23

Адрес держателя подлинника ТУ  
(индекс, город, дом и т.д.)

24

Дата начала выпуска продукции

25

Дата окончания действия ТУ

26

Продление срока действия до 01.01.2002г.

Номер сертификата соответствия  
(или иного документа)

27

## КАТАЛОЖНЫЙ ЛИСТ ПРОДУКЦИИ

КОД  
УСМ

01

200

Группа  
КГС(ОКС)

02

114

Регистрационный  
номер

03

303899/02  
021957/02

Код ОКП

11

Наименование продукции

12

Обозначение продукции

13

Обозначение нормативного или  
технического документа (взамен)  
Наименование нормативного или  
технического документа

14

ТУ 48-4-523-90, изменение № 2

15

Код предприятия-изготовителя  
по ОКПО

16

Наименование предприятия-  
изготовителя

17

Адрес предприятия-изготовителя  
(индекс; город; улица; дом)

18

Телефон

19

Телефакс

20

Телекс

21

Телетайп

22

Наименование держателя  
подлинника

23

Адрес держателя подлинника  
(индекс; город; улица; дом)

24

Дата начала выпуска продукции  
Дата введения в действие  
нормативного или технического  
документа  
Номер сертификата соответствия

25

26

Продление срока действия до 01.01.2006г.

27

### 30. Основные показатели продукции

[illegible]

		Код предприятия	Фамилия	Дата	Телефон
04	Заполнил	0198399	Ананова	25.12.95	239-92-36
05	Зарегистрировал		Гриб	27.12.95	4322633
06	Внес в каталог				

# 30. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОДУКЦИИ

		Фамилия	Подпись	Дата	Телефон
Представил	04	0198399	Малова	16.10.2000.	239-92-36
Зарегистрировал	05		<i>[Signature]</i>	26.10.00	*
Введен в каталог	06				

1/482-1000