

# ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ

## ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

ТОМ 67  
№8 2001

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ, ФИЗИЧЕСКИМ, МАТЕМАТИЧЕСКИМ И МЕХАНИЧЕСКИМ МЕТОДАМ ИССЛЕДОВАНИЯ, А ТАКЖЕ СЕРТИФИКАЦИИ МАТЕРИАЛОВ

Основан в январе 1932 г., Москва  
Учредитель: ООО Издательство "ТЕСТ-ЗЛ"

### СОДЕРЖАНИЕ

#### АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВА

- Контроль окружающей среды  
Эпов В. Н., Сугурин А. Н., Ложкин В. И., Семенов А. Р. Микроэлементный анализ байкальской питьевой воды . . . . . 3
- Гайнутдинова Д. Ф., Крюков С. В., Гарифзянов А. Р., Торопова В. Ф., Будников Г. К., Аль-Хатиб Д. Экстракционно-рентгенофлуоресцентное определение селена Зайцева Г. Н., Стрелко В. В. Определение бериллия в водах с помощью силикагеля, химически модифицированного аминокислотой . . . . . 6
- Красильников И. М., Лапшин В. М., Нежданов А. Н. Рентгеноспектральный экспресс-анализ технологических растворов на редкоземельные элементы и барий по способу двойного внутреннего стандарта . . . . . 8
- Харитонов П. С., Степанов А. И., Рамендик Г. И., Карманников В. П. Определение примесей редкоземельных элементов в высококочистом оксиде неодима методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой . . . . . 11
- Хонг-Вен Гао. Применение метода двуволновой спектрофотометрии для определения меди с помощью комплекса железа (II) с 1-(5-бром-2-пирридилazo)-2-нафтол-6-сульфокислотой в качестве цветного реагента . . . . . 18
- Обмен опытом  
Абдурахманов Э. А., Хошимов Т. Ж., Насимов А. М., Салихджанова Р. М.-Ф. Исследование окисления углеводородов на поверхности катализатора чувствительного элемента термокаталитического сенсора . . . . . 21

#### ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ

##### ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И КОНТРОЛЯ

- Закирничная М. М. Методика идентификации фуллеренов, выделенных из железоуглеродистых сплавов . . . . . 25
- Загидулин Р. В., Курозаев В. П. Способ устранения мешающего влияния магнитного поля рассеяния в воздухе при неразрушающем контроле ферромагнитного изделия . . . . . 31
- Муромцев Ю. Л., Майникова Н. Ф., Ляшков В. И., Балашов С. В. Измерительно-вычислительная система для регистрации температурных зависимостей теплопроводности и теплоемкости материалов . . . . . 35
- Оперативный промышленный контроль  
Сушев А. К., Крохин В. В., Мищенко З. В. Прибор для оперативного контроля качества ферритовых порошков . . . . . 37
- Боченин В. И., Бочегов В. И. Радионуклидный рентгенофлуоресцентный способ диагностики участков коррозионного поражения . . . . . 40

##### МЕТОДЫ МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ

- Попов А. А., Паршутин Е. В., Сидорин О. Б. Методические аспекты применения критической температуры хрупкости для оценки ресурса корпусов атомных реакторов . . . . . 43
- Амаев А. Д., Королев Ю. Н., Красиков Е. А., Николаев Ю. А., Платонов П. А., Штромбах Я. И. 50 лет применению метода ударных испытаний для определения влияния реакторного облучения на сдвиг критической температуры хрупкости . . . . . 47
- Махутов Н. А., Алымов В. Т., Пашков Ю. И. Место испытаний на ударную вязкость в оценке трещиностойкости трубопроводов . . . . . 51
- Ботвина Л. Р. Физические и механические критерии ударного разрушения . . . . . 56

##### СЕРТИФИКАЦИЯ МАТЕРИАЛОВ И АККРЕДИТАЦИЯ ЛАБОРАТОРИЙ

- Питерских И. А., Кириченко В. Е., Перлова М. Г., Кандакова В. В. Разработка государственного стандартного образца состава раствора совола . . . . . 63
- Виноградов С. А., Глушеникова Г. Ф. Организация внутреннего контроля качества аналитических работ в ЦИКВ . . . . . 67

- РЕФЕРАТЫ . . . . . 71

#### Адрес редакции:

119991 Москва, ГСП-1,  
Ленинский пр-т, 49,  
ИМЕТ им. А. А. Байкова, Редакция  
журнала "Заводская лаборатория.  
Диагностика материалов".

Тел./факс: 135-62-75, тел.: 135-96-56

#### Журнал представлен

в сети Интернет по адресу:  
<http://phase.imet.ac.ru/zavlabor/>  
E-mail: [zavlabor@ultra.imet.ac.ru](mailto:zavlabor@ultra.imet.ac.ru)

© 2001 Издательство «ТЕСТ-ЗЛ», «Заводская лаборатория. Диагностика материалов»  
Перепечатка материалов журнала «Заводская лаборатория. Диагностика материалов» допускается только с письменного разрешения редакции.  
При цитировании ссылка обязательна.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Handley T. H. / Talanta. 1965. V. 12. P. 893 – 891.
2. Стары И. Экстракция хелатов. — М.: Мир, 1966. — 200 с.
3. Шишков А., Атанасов Б., Георгиева Л. / Научные труды Пловдивского университета. Химия. 1975. Т. 13. № 3. С. 199 – 207.
4. Бусев А. И., Иванютин М. И. / Труды Комиссии по аналитической химии АН СССР. 1960. Т. 11. С. 172.
5. Гарифзянов А. Р., Гайнутдинов Д. Ф., Будников Г. К. Современные проблемы химии и технологии экстракции: Сб. матер. IV Школы по современным проблемам химии и технологии экстракции. — М., 1999. С. 43.
6. Бусев А. И. Синтез новых органических реагентов для неорганического анализа. — М.: Изд-во МГУ, 1972. — 246 с.

УДК 546.45:543.42.062

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕРИЛЛИЯ В ВОДАХ С ПОМОЩЬЮ СИЛИКАГЕЛЯ, ХИМИЧЕСКИ МОДИФИЦИРОВАННОГО АМИНОФOSFОНОВОЙ КИСЛОТОЙ

© Г. Н. Зайцева, В. В. Стрелко<sup>1</sup>*Статья поступила 24 декабря 1999 г.*

Описаны методики определения бериллия, основанные на его извлечении из растворов с помощью аминокислотной группы, ковалентно закрепленной на поверхности силикагеля, с последующим определением в элюате фотометрическим или атомно-абсорбционным методами; предел обнаружения бериллия составляет 0,00005 мг/л или 0,00008 мг/л соответственно. Методы тестированы при анализе сточных вод.

Определение бериллия в объектах окружающей среды ввиду его высокой токсичности является важной задачей [1]. Низкое значение ПДК этого элемента (0,0002 мг/л) делает практически невозможным определение микроколичеств бериллия без предварительного концентрирования.

В последнее время для концентрирования микроколичеств элементов все больше используются сорбционные методы, сочетающие хорошую избирательность и высокие коэффициенты концентрирования с простотой и надежностью препаративного оформления [2–4]. Наиболее часто для концентрирования микроэлементов применяются комплексообразующие сорбенты: синтетические иониты [5], окисленные угли [6], а в последнее время — модифицированные кремнеземы, выгодно отличающиеся от остальных сорбентов высокими кинетическими характеристиками [7].

В предыдущих исследованиях [8, 9] авторами было показано, что силикагель с закрепленной на поверхности аминокислотной группой (АФК-SiO<sub>2</sub>) обладает хорошей избирательностью по отношению к бериллию. Этот сорбент был успешно применен для концентрирования ионов бериллия с последующим атомно-эмиссионным определением в концентрате [10]. Однако более доступными для широкого использования в аналитической практике являются сорбционно-спектрофотометрический и сорбционно-атомно-абсорбционный методы. Поэтому представляло интерес изучить возможность десорбции ионов бе-

риллия и выявить перспективы применения АФК-SiO<sub>2</sub> для определения ионов бериллия сорбционно-фотометрическим либо сорбционно-атомно-абсорбционным методами в водах.

АФК-SiO<sub>2</sub> получали по методике, описанной в работе [8]. Концентрация привитых к поверхности аминокислотных групп, определенная по результатам элементного анализа и потенциометрического титрования, равна 0,24 ммоль/г [8, 9].

Стандартный раствор сульфата бериллия с концентрацией  $c_{Be} = 1$  мг/мл готовили согласно работе [11]. Рабочие растворы с меньшей концентрацией получали непосредственно перед использованием разбавлением исходного. Растворы нитратов меди, кобальта, никеля, железа, алюминия, кальция, магния, свинца, марганца, кадмия готовили растворением соответствующих навесок солей металлов квалификации чда в дистиллированной воде [11]. Необходимые значения pH растворов создавали введением 0,1 М HCl либо 0,1 М NaOH. Значение pH раствора контролировали на иономере ЭВ-74.

Изучение зависимости степени извлечения бериллия от концентрации его в растворе проводили при постоянной навеске сорбента (0,1–0,2 г), значении pH оптимальной сорбции и переменной концентрации бериллия ( $1 \cdot 10^{-4}$ – $1 \cdot 10^{-2}$  М). Полученные суспензии перемешивали с помощью магнитных мешалок в течение 30 мин. Раствор отделяли от твердой фазы и анализировали на содержание бериллия. Результаты исследования представляли в виде графической зависимости  $D_g = f(C_{равн})$ , где  $D_g$  — коэффициент распределения, мл/г.

<sup>1</sup> Институт сорбции и проблем эндоэкологии НАН Украины, г. Киев, Украина.

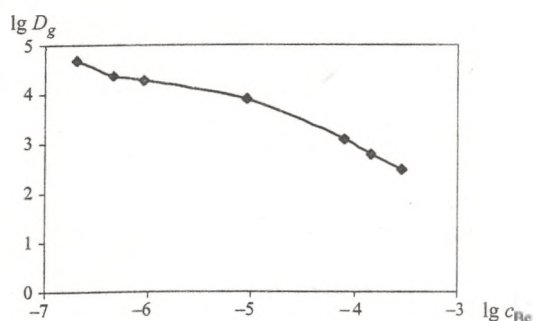


Рис. 1. Билогарифмическая зависимость коэффициента распределения от равновесной концентрации ионов бериллия в растворе ( $V = 25$  мл;  $m_c = 0,1$  г)

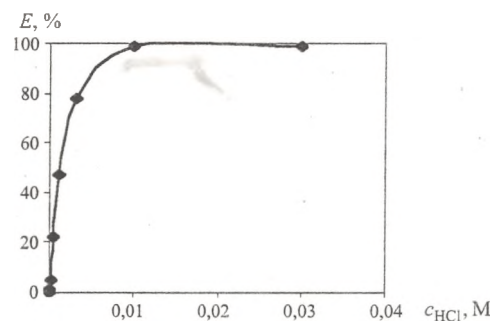


Рис. 2. Зависимость степени элюирования ионов бериллия из фазы сорбента от концентрации HCl в статических условиях ( $m = 0,1$  г;  $V_3 = 10$  мл)

Концентрирование ионов бериллия проводили в динамическом режиме: 0,2 – 2,0 л раствора, содержащего бериллий в интервале концентраций  $1 \cdot 10^{-4}$  –  $5 \cdot 10^{-6}$  М, пропускали с помощью перистальтического насоса со скоростью 7 – 10 см<sup>3</sup>/мин через хроматографическую колонку диаметром 5 мм, содержащую 0,3 – 0,5 г сорбента. Для извлечения бериллия через колонку пропускали 0,01 М раствор HCl с последующим отбором отдельных порций элюата для анализа. Коэффициенты концентрирования рассчитывали по формуле  $K = N_3 V_n / N_n V_3$ , где  $N_n$  и  $N_3$  — соответственно абсолютные количества бериллия в пробе и элюате, мкг;  $V_n$  и  $V_3$  — объемы пробы и элюата, л.

Зависимость десорбции бериллия из фазы сорбента от кислотности среды исследовали в статическом и динамическом режимах. В статических условиях 0,5 г сорбента обрабатывали  $5 \cdot 10^{-4}$  М раствором сульфата бериллия при оптимальном значении pH 4,3 – 4,7. Суспензию перемешивали в течение 30 мин, твердую фазу отфильтровывали, промывали на фильтре 20 мл дистиллированной воды и сушили на воздухе. Сорбент, содержащий бериллий, порциями 0,1 г контактировали с 10 мл  $1 \cdot 10^{-4}$  –  $1 \cdot 10^{-2}$  моль/л растворов HCl, перемешивали 20 – 30 мин и анализировали раствор на содержание бериллия. В динамических условиях десорбцию изучали, пропуская через колонку (после концентрирования ионов бериллия) растворы хлористоводородной кислоты с концентрацией  $1 \cdot 10^{-4}$  –  $1 \cdot 10^{-2}$  моль/л со скоростью 1 см<sup>3</sup>/мин. Для анализа отбирали порции элюата объемом 1 мл. Степень элюирования, %, рассчитывали по формуле  $E = N_0 / N_3 \cdot 100$ , где  $N_0$  и  $N_3$  — абсолютные количества бериллия соответственно в исходном растворе и элюате, мкг.

Содержание бериллия в элюате определяли двумя независимыми методами: атомно-абсорбционным на спектрофотометре SPQ-800 Pye-Unicom (пламя N<sub>2</sub>O – ацетилен, источник излучения — лампа на бериллий с полым катодом) и фотометрическим на спектрофотометре Spescol-11 по реакции с хромазуролом S (ХАЗ) в присутствии Н-ПАВ [12].

Количественной мерой применения сорбентов для концентрирования того или иного иона является коэф-

фициент распределения  $D_g$ . На рис. 1 представлена билогарифмическая зависимость  $D_g$  от равновесной концентрации ионов бериллия в растворе. При уменьшении равновесной концентрации металла  $D_g$  стремится к граничному значению. Максимального значения  $10^5$  мл/г коэффициент распределения достигает при равновесной концентрации бериллия в растворе  $< 10^{-5}$  М, т. е. в условиях, которые отвечают количественному извлечению ионов металла. Это указывает на высокую эффективность АФК-SiO<sub>2</sub> и возможность извлечения ионов бериллия из разведенных растворов небольшими навесками сорбента.

Сравнение кривой десорбции (рис. 2) с кривой сорбции ионов бериллия на АФК-SiO<sub>2</sub> [9] свидетельствует об обратимости процесса. Количественная десорбция ионов бериллия достигается при элюировании раствором HCl с концентрацией  $\geq 0,01$  М. При изучении зависимости количества элюата, необходимого для полного извлечения бериллия, от концентрации элемента в фазе сорбента установлено, что для количественной десорбции  $\leq 2$  мкг Be достаточно 3 мл, а для 10 мкг — 5 мл 0,01 М раствора HCl. Коэффициенты концентрирования в этих условиях составляют величины порядка  $(1 - 3) \cdot 10^2$  (табл. 1). Как видно из данных табл. 1, в условиях эксперимента достигается количественное извлечение элемента из исследуемого раствора и полная его десорбция из фазы сорбента. Разность между исходным содержанием бериллия в растворе и найденным в элюате указывает, что после контакта сорбента с исследуемым раствором содержание бериллия снижается по крайней мере до значений на порядок меньших ПДК. Это свидетельствует о высокой эффективности сорбента как для концентрирования, так и для очистки вод от бериллия.

Ранее авторами было установлено [10], что специфичность реакции закрепленных аминофосфоновых групп с ионами бериллия позволяет проводить селективное концентрирование этого высокотоксичного элемента в присутствии  $10^4$ -кратных избытков таких *s*, *p* и *d*-металлов, как Ca, Mg, Sr, Zn, Cd, Pb, Cu, Ni, Mn, Sn, а также больших количеств (до 1 моль/л) хлорид-, сульфат-, ацетат-ионов. Сорбционному из-

**Таблица 1.** Зависимость степени элюирования бериллия с помощью АФК-SiO<sub>2</sub> (*E*) и коэффициента концентрирования (*K*) от объема анализируемого раствора (*V*) (*m* = 0,3 г; рН = 4,5; *n* = 5, элюент — 0,01 М НС1; *V*<sub>3</sub> = 5 мл)

<i>V</i> , л	Введено Ве, мкг	Найдено Ве, мкг	<i>s<sub>r</sub></i>	<i>E</i> , %	<i>K</i>	Метод определения Ве в элюате
0,2	1,0	1,00	0,01	100	40	Фотометрический
0,5	1,0	0,99	0,02	99	99	"
1,0	1,0	0,97	0,02	97	194	"
1,0	0,5	0,48	0,03	96	192	"
1,0	0,2	0,18	0,05	90	180	"
2,0	0,5	0,47	0,06	94	376	"
2,0	0,3	0,28	0,09	93	372	"
0,5	0,2	0,20	0,01	100	100	ААС
1,0	0,2	0,20	0,02	100	200	"
1,0	0,1	0,09	0,05	90	180	"
2,0	0,4	0,39	0,04	98	390	"
2,0	0,2	0,17	0,07	85	340	"

**Таблица 2.** Результаты определения бериллия в модельных растворах и пробах сточных вод предлагаемыми методами (*m*<sub>с</sub> = 0,2 г; рН = 4,3 – 4,5; *V* = 1,0 л; *n* = 3; элюент — 0,01 М НС1; *V*<sub>3</sub> = 5 мл)

Метод определения	Найдено Ве, мкг				
	<i>A</i>	<i>s<sub>r</sub></i>	<i>A*</i>	добавка Ве, мкг	<i>s<sub>r</sub></i>
Модельные растворы					
Фотометрический	—	—	2,00 ± 0,02	2,00	< 0,01
			0,99 ± 0,02	1,00	0,01
			0,48 ± 0,03	0,50	0,03
			0,17 ± 0,05	0,20	0,12
ААС	—	—	1,00 ± 0,01	1,00	< 0,01
			0,48 ± 0,01	0,50	0,01
			0,18 ± 0,02	0,20	0,04
Сточные воды					
ААС	0,10 ± 0,05	0,18	0,12 ± 0,02	1,0	0,06
			0,11 ± 0,03	0,5	0,07
	0,48 ± 0,03	0,03	0,51 ± 0,02	1,0	0,03
			0,50 ± 0,03	0,5	0,02
Фотометрический	0,54 ± 0,04	0,05	0,52 ± 0,03	2,0	0,07
			0,53 ± 0,02	1,0	0,05
ААС	0,08 ± 0,03	0,14	0,10 ± 0,03	0,5	0,05
Фотометрический	0,09 ± 0,03	0,14	0,09 ± 0,02	2,0	0,03
			0,11 ± 0,02	1,0	0,04
ААС	0,37 ± 0,04	0,04	0,38 ± 0,01	1,0	0,02
			0,39 ± 0,01	0,5	0,03
Фотометрический	0,36 ± 0,4	0,03	0,38 ± 0,02	2,0	0,04
			0,40 ± 0,02	1,0	0,03

*Примечание.* Состав модельных растворов, мг/л: 2,0 Fe; 0,5 Al; 1,0 Cu; 1,0 Ni; 1,0 Sn; 1,0 Mn; 2,0 ЩЗМ; *A*, *A\** — соответственно без добавок и с добавками бериллия.

влечению бериллия мешают ионы железа (III) и алюминия, поэтому для их связывания в неактивную форму добавляли ЭДТА [10].

На основании полученных результатов разработана методика сорбционного концентрирования бериллия с последующим атомно-абсорбционным или фотометрическим определением. Методика отработана на модельных растворах, в состав которых входят алюминий, железо, никель, щелочные и щелочноземельные металлы (ЩЗМ); метод также тестировали при анализе сточных вод (табл. 2). Для оценки правильности предлагаемых методов параллельно проводили определение бериллия в пробах методом добавок. Данные табл. 2 свидетельствуют о достаточной точности и воспроизводимости предлагаемой методики, которая позволяет проводить определение бериллия в концентрациях на уровне и ниже значений ПДК.

*Ход анализа.* К 1 л сточной воды прибавляют 20 мл серной кислоты (1:1) и кипятят в течение 10 мин. После охлаждения раствор отфильтровывают, добавляют 20 мл 1 М ЭДТА, 0,1 М NaOH до рН 4,5 и пропускают через колонку, заполненную АФК-SiO<sub>2</sub> и предварительно промытую раствором 0,02 М ЭДТА и НС1 с рН 4,5, с помощью перистальтического насоса со скоростью 7 – 10 мл/мин. Далее колонку промывают 10 мл 0,02 М раствора ЭДТА и 5 мл НС1 с рН 4,5. Бериллий элюируют 5 мл 0,01 М раствора НС1. Содержание бериллия в элюате определяют атомно-абсорбционным или фотометрическим методом. Параллельно проводят холостой опыт, включающий в себя все используемые реактивы и сорбент.

Атомно-абсорбционные измерения выполняют при  $\lambda = 234,9$  нм; спектральная ширина щели — 0,2 мм, рабочий ток лампы — 12 мА.

Для определения бериллия фотометрическим методом элюат нейтрализуют 5 – 10 %-ным раствором аммиака при постоянном перемешивании до рН 4 – 5, приливают к смеси 1 мл  $1 \cdot 10^{-3}$  М раствора ХАЗ, 1 мл  $1 \cdot 10^{-3}$  М раствора ОП-7; 0,5 мл  $5 \cdot 10^{-2}$  N раствора ЭДТА и доводят до 10 мл уксусно-ацетатным буферным раствором с рН 6,0. По истечении 15 мин растворы фотометрируют при  $\lambda = 630$  нм (*l* = 10 мм).

Таким образом, приведенные выше результаты свидетельствуют о пригодности АФК-SiO<sub>2</sub> для определения микроколичеств бериллия из растворов сложного состава доступными методами. Концентрирование бериллия при помощи АФК-SiO<sub>2</sub> позволяет снизить пределы обнаружения элемента при определении его в концентрате атомно-абсорбционным (ПО = 0,00008 мг/л) либо фотометрическим методом (ПО = 0,00005 мг/л) по реакции с хромазуролом S в присутствии ОП-7 на два порядка.

## ЛИТЕРАТУРА

- Новиков В. Ю., Ласточкина К. О., Болдина З. Н. — В кн.: Методы определения вредных веществ в воде водоемов. — М.: Медицина, 1981. С. 90 – 94.

2. *Sperling M., Yan X., Welz B.* / *Spectrochimica Acta (B)*. 1996. V. 51. P. 1875 – 1889.
3. *Uehara N., Fukuda K., Shijo Y.* / *Anal. Sci.* 1998. V. 14, April. P. 343 – 347.
4. *Mahmoud M. E., Soliman E. M.* / *Talanta*. 1997. V. 44. P. 1063 – 1071.
5. *Мархол М.* Ионообменники в аналитической химии. — М.: Мир, 1985. — 261 с.
6. *Тарковская И. А.* Окисленный уголь. — Киев.: Наукова думка, 1981. — 197 с.
7. *Зайцев В. Н.* Комплексообразующие кремнеземы: синтез, строение привитого слоя и химия поверхности. — Харьков: Фолио, 1997. — 240 с.
8. А.с. 1773475 СССР. Сорбент для извлечения ионов бериллия и ртути из растворов / *О. П. Рябушко, Г. Н. Зайцева, А. Т. Пилипенко, О. Н. Желиба* // Открытия. Изобретения. 1992. № 41.
9. *Зайцева Г. Н., Рябушко О. П.* / Украинский химический журнал. 1992. Т. 58. № 11. С. 965 – 972.
10. *Рябушко О. П., Зайцева Г. Н., Желиба О. Н.* / Химия и технология воды. 1996. Т. 18, № 5. С. 491 – 494.
11. *Коростылев П. П.* Приготовление растворов для химико-аналитических работ. — М.: Наука, 1974. — 399 с.
12. *Саввин С. Б., Чернова Р. К., Кудрявцева Л. Н.* / ЖАХ. 1979. Т. 34. № 1. С. 66 – 75.

УДК 543.422.8

## РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫЙ ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РАСТВОРОВ НА РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ И БАРИЙ ПО СПОСОБУ ДВОЙНОГО ВНУТРЕННЕГО СТАНДАРТА

© И. М. Красильников, В. М. Лапшин, А. Н. Нежданов<sup>1</sup>*Статья поступила 11 января 2000 г.*

Разработаны и внедрены для контроля технологических процессов экстракционного разделения РЗЭ два способа рентгеноспектрального экспресс-анализа растворов по способу двойного внутреннего стандарта (по длинам волн и по массовым коэффициентам поглощения), позволяющие определять концентрации индивидуальных РЗЭ цериевой группы и их суммы, а также бария на рентгеновском спектрометре СРМ-25. Выведены уравнения для коэффициентов взаимных влияний (эффектов второго порядка) и расчетные уравнения для определения индивидуальных РЗЭ и бария применительно к методу двойного внутреннего стандарта. Методы отличаются простотой и быстрой пробоподготовкой, использованием малого количества типовых растворов, высокой производительностью (до 1000 измерений индивидуальных РЗЭ и их суммы, а также бария за 6-часовую смену) и экспрессностью (результаты анализа можно получить через 15 – 20 мин после поступления пробы на анализ).

Способ двойного внутреннего стандарта является дальнейшим развитием классического метода внутреннего стандарта и разработан для анализа индивидуальных редкоземельных элементов (РЗЭ) и бария в продуктах переработки лопаритового концентрата (хлориды РЗЭ) при экстракционном разделении РЗЭ.

Объектом исследований являлись технологические растворы экстракционного разделения РЗЭ и бария, полученные в результате переработки плава хлоридов РЗЭ после выделения этой суммы РЗЭ из лопарита. Состав плавов хлоридов РЗЭ приведен в табл. 1.

Основную массу РЗЭ составляют элементы от лантана до гадолиния включительно (99,9 %). Элементы от тербия до лютеция, а также иттрий присутствуют в незначительных количествах и в дальнейшем рассматриваются как примесные.

Концентрация РЗЭ в технологических растворах может варьировать от следов до 150 – 450 г/дм<sup>3</sup>, суммы РЗЭ — от 0 до 500 г/дм<sup>3</sup>, бария — от 0 до 0,5 г/дм<sup>3</sup>.

Поступающие для анализа технологические растворы требуют предварительной подготовки и приведения этих проб в приемлемую для анализа форму. В результате опробования различных способов подготовки наиболее оптимальным является способ смачивания дисков из фильтровальной бумаги в растворе пробы с введенным двойным внутренним стандартом с последующей сушкой этих дисков на фторопластовой пластине на электроплитке со слабым нагревом.

Измерение концентрации РЗЭ и бария и их суммы проводится на рентгеновском многоканальном спектрометре СРМ-25-16, изготовленном в НПО «Орелъ-прибор» (Россия) и укомплектованном рентгеном трубкой РХВ-2Rh (с родиевым зеркалом анода).

<sup>1</sup> АО «Силмет», г. Силламяэ, Эстония.