Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ИТТРИЙ И ЕГО ОКИСЬ

## Метод определения примесей окисей празеодима, неодима, самария, европия, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия и иттербия

**ГОСТ 23862.15—79**

Yttrium and its oxide. Method of determination of such impurities as oxides of praseodymium, neodymium, samarium, europium, terbium, disprosium, helmium, erbium, tulium and ytterbium

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 люминесцентный метод определения окисей редкоземельных элементов в иттрии и его окиси.

Метод основан на возбуждении ртутной лампой спектра люминесценции редкоземельных элементов в кристаллофосфорах анализируемых материалов и регистрации полученного излучения. Массовые доли примесей находят методом добавок.

Интервалы определяемых массовых долей примесей окисей:

празеодима от $1 \cdot 10^{-5}$ % до 1м$10^{-2}$ %
неодима от $1 \cdot 10^{-5}$ % до 1м$10^{-2}$ %
самария от $5 \cdot 10^{-6}$ % до 1м$10^{-2}$ %
европия от $1 \cdot 10^{-5}$ % до 1м$10^{-2}$ %
тербия от $5 \cdot 10^{-6}$ % до 1м$10^{-2}$ %
диспрозия от $3 \cdot 10^{-6}$ % до 1м$10^{-2}$ %
гольмия от $1 \cdot 10^{-4}$ % до 1м$10^{-2}$ %
эрбия от $3 \cdot 10^{-5}$ % до 1м$10^{-2}$ %
тулия от $1 \cdot 10^{-5}$ % до 1м$10^{-2}$ %
иттербия от $1 \cdot 10^{-5}$ % до 1м$10^{-2}$ %.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр флуоресцентный MPF-4 фирмы Хитачи или аналогичный прибор.

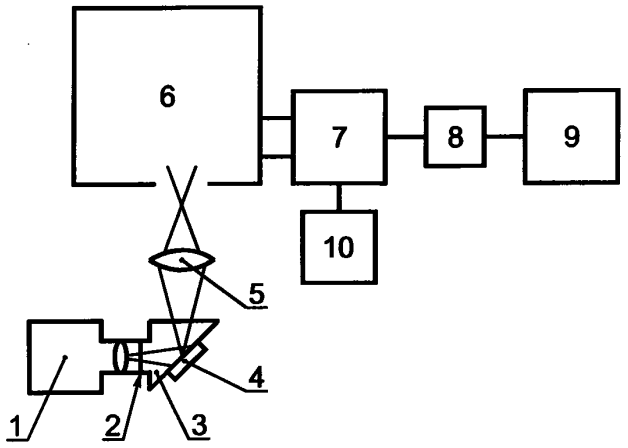
Установка для регистрации спектров люминесценции на базе МДР-3 с решеткой 600 штр/мм (см. чертеж 1).

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

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



gost.e-ecolog.ru




*1* — осветитель ОЦ-18 с ртутной лампой ДРШ-250; *2* — светофильтр УФС-2; *3* — камера возбуждения; *4* — кювета с кристаллофосфором; *5* — конденсор; *6* — монохроматор МДР-3; *7* — фотоумножитель ФЭУ-62; *8* — усилитель У5—6; *9* — самописец КСП-4; *10* — высоковольтный выпрямитель ВС-22

Черт. 1

Фотоумножитель ФЭУ-62.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим нагрев до 1200 €.

Плитка электрическая.

Весы торсионные типа ВТ-500 или аналогичные.

Тигли фарфоровые № 1 или № 2.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75, х. ч.

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79, х. ч., раствор с концентрацией 50 г/дм$^3$.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1 : 1.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, х. ч.

Калий фтористый по ГОСТ 20848—75, х. ч., раствор с концентрацией 50 г/дм$^3$.

Натрий сернокислый по ГОСТ 6053—77, х. ч., раствор с концентрацией 50 г/дм$^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., разбавленная 1 : 2.

Окиси празеодима, неодима, самария, европия, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия — чистотой не менее 99 %.

Растворы запасные, содержащие каждый по 1 мг/см$^3$ одного из РЗЭ (в расчете на окись): 100 мг окиси РЗЭ помещают в стакан вместимостью 50 см$^3$, смачивают водой, приливают 0,5—1 см$^3$ соляной кислоты, нагревают на электрической плитке до растворения, охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

Растворы рабочие I, содержащие 1 мкг/см$^3$ одного из РЗЭ (в расчете на окись), готовят разбавлением запасных растворов водой в 1000 раз.

Раствор рабочий II, содержащий по 1 мкг/см$^3$ неодима, самария, европия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия (в расчете на окись): в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$ вносят по 1 см$^3$ запасных растворов перечисленных РЗЭ, доводят водой до метки и перемешивают.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Переведение металлического иттрия в окись — по ГОСТ 23862.0—79.

**3.2. Приготовление кристаллофосфоров**

3.2.1. Кристаллофосфоры для раздельного определения каждой примеси: в четыре фарфоровых тигля помещают по 150 мг анализируемой пробы. В один тигель вводят рабочий раствор I определяемой примеси так, чтобы содержание добавки было приблизительно равно предполагаемому содержанию примеси в пробе. Во втором тигле добавка должна превышать предполагаемое содержание этой примеси в пробе в два раза.

В оставшихся двух тиглях пробы смачивают 1—2 каплями воды.

3.2.2. При определении тербия в каждый тигель добавляют по 0,1 см$^3$ раствора сернокислого натрия, 0,3 см$^3$ серной кислоты.

Тигли помещают на электрическую плитку, упаривают досуха, прокаливают в муфельной печи при 1100 ℃ в течение 1 ч и охлаждают до комнатной температуры.

3.2.3. При определении каждой из остальных примесей четыре тигля помещают на электрическую плитку, упаривают досуха и охлаждают до комнатной температуры.

3.2.3.1. При определении празеодима — в каждый тигель добавляют по 60 мг фтористого аммония и по 0,15 см$^3$ раствора фтористого калия, подсушивают на электрической плитке, прокаливают в муфельной печи при 830 °С в течение 45 мин и охлаждают до комнатной температуры.

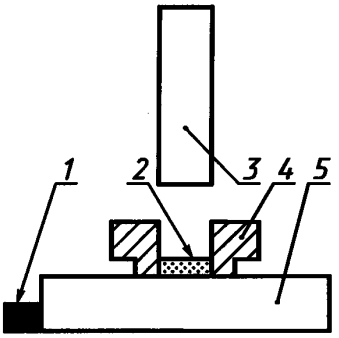
3.2.3.2. При определении каждой из примесей — неодима, самария, европия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия — в каждый тигель добавляют по 100 мг ванадиевокислого аммония,

тщательно перемешивают стеклянной палочкой, добавляют по 0,25 $см^3$ раствора азотнокислого натрия, перемешивают, высушивают досуха на электрической плитке, прокаливают в муфельной печи при 900 °С в течение 1 ч и охлаждают до комнатной температуры.

3.2.3.3. Если массовая доля каждой из перечисленных в п. 3.2.3.2. примесей не превышает $5 \cdot 10^{-4}$ %, введение добавок производят согласно п. 3.2 с использованием рабочего раствора II. В результате получают кристаллофосфоры с добавками всех указанных примесей.

**3.3. Возбуждение и регистрация спектров люминесценции**

Кристаллофосфоры помещают в кюветы с кварцевым окном.




*1* — магнит; *2* — образец; *3* — пуансон; *4* — кювета; *5* — подложка

Черт. 2

При использовании кювет без кварцевых окон (черт. 2) применяют следующий способ: кювету (*4*) помещают на шлифованную поверхность подложки (*5*) и сбоку прикрепляют магнит (*1*). В кювету сверху насыпают образец (*2*) и прессуют пуансоном (*3*) с усилием 10 кг.

При определении каждой примеси возбуждают и регистрируют спектр люминесценции четырех кристаллофосфоров последовательно, начиная с большей добавки.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3.1. Определение празеодима, самария, европия, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия проводят на флуоресцентном спектрофотометре MPF-4. Спектр люминесценции возбуждают излучением ксеноновой лампы на длине волны $\lambda_{max}$ = 320 нм для всех примесей, кроме празеодима, для которого длина волны возбуждения $\lambda_{max}$ = 250 нм. Напряжение на фотоумножителе — 800 В, входная щель открыта полностью, фильтр на входе — черный, фильтр на выходе — UV-43 для всех примесей, кроме тулия, для которого фильтр на выходе — R-62. Длины волн линий излучения приведены в табл. 1.

Таблица 1

| Определяемый элемент | Празеодим | Самарий | Европий | Тербий | Диспрозий | Гольмий | Эрбий | Тулий |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Длина волны излучения, нм | 488 | 602 | 619 | 543 | 575 | 541 | 554 | 788 |

3.3.2. Определение массовой доли неодима и иттербия проводят на установке на базе МДР-3 (чертеж 1) с решеткой 600 штр/мм.

Спектр люминесценции возбуждают излучением ртутной лампы.

Фильтр на входе — УФС-2, фильтр на выходе — КС. Остальные условия регистрации приведены в табл. 2.

Таблица 2

| Определяемый элемент | Напряжение на ФЭУ, В | Длина волны излучения, нм | Регистрируемый участок спектра, нм |
|---|---|---|---|
| Неодим | 1000 | 879,8 | 845—900 |
| Иттербий | 1200 | 985,0 | 955—1000 |

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. В каждой регистрограмме измеряют высоту ($h$) пика аналитической линии элемента примеси.

По двум параллельным значениям $h_1$ и $h_2$, полученным по двум регистрограммам для кристаллофосфоров, приготовленных из пробы без добавок, находят среднеарифметическое значение $h_x$.

Массовую долю каждой из определяемых окисей ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{ch_x}{h_c - h_x},$$

где $c$ — массовая доля добавки определяемой примеси, %;

$h_c$ — высота пика аналитической линии в регистрограмме, полученной для кристаллофосфора, приготовленного из пробы с добавкой.

Если значения добавок не удовлетворяют требованиям, изложенным в п. 3.2, анализ повторяют с введением новых добавок.

4.2. При контроле воспроизводимости результатов параллельных определений по двум параллельным значениям $h_1$ и $h_2$ вычисляют значения $X_1$ и $X_2$ — результаты параллельных определений.

Расхождения между ними и результатами двух анализов (отношение большего к меньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 2,5.

gost.e-ecolog.ru