

ИТРИЙ И ЕГО ОКИСЬ

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

Yttrium and its oxide. Method of determination of such impurities as oxides of praseodymium, neodymium, samarium, europium, terbium, dysprosium, holmium, erbium, thulium and ytterbium

ГОСТ

23862.15—79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3988 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает люминесцентный метод определения оксидов редкоземельных элементов в иттрии и его оксиде.

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

Определяемые концентрации примесей оксидов:

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

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).

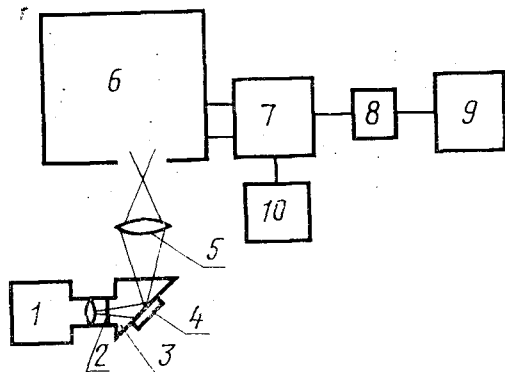
Фотоумножитель ФЭУ-62.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим нагрев до 1200°C.

Плитка электрическая.

Весы торсионные типа ВТ-500 или аналогичные.

Тигли фарфоровые № 1 или № 2.



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

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

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79, х. ч., 5%-ный раствор.

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., 5%-ный раствор.

Натрий сернокислый по ГОСТ 6053—77, х. ч., 5%-ный раствор.

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

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

Раствор рабочий II, содержащий по 1 мкг/мл неодима, самария, европия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия (в расчете на окись): в мерную колбу вместимостью 1000 мл вносят по 1 мл 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 отдельного 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 мл раствора сернокислого натрия, 0,3 мл серной кислоты.

Тигли помещают на электрическую плитку, упаривают досуха, прокаливают в муфельной печи при 1100°C 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 мл раствора фтористого калия, подсушивают на электрической плитке, прокаливают в муфельной печи при 830°C 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 мл раствора азотнокислого натрия, перемешивают, высушивают досуха на электрической плитке, прокаливают в муфельной печи при 900°C 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 про-

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

3.3.1. Определение празеодима, самария, европия, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия проводят на флуоресцентном спектрофотометре МРФ-4. Спектр люминесценции возбуждают излучением ксеноновой лампы на длине волны $\lambda_{\text{max}} = 320$ нм для всех примесей, кроме празеодима, для которого длина волны возбуждения $\lambda_{\text{max}} = 250$ 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 содержания неодима и иттербия проводят на установке на базе МДР-3 (чертеж) 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 среднее арифметическое h_x .

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

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

где c — величина добавки определяемой примеси, %;

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

Если величины 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 2,5.

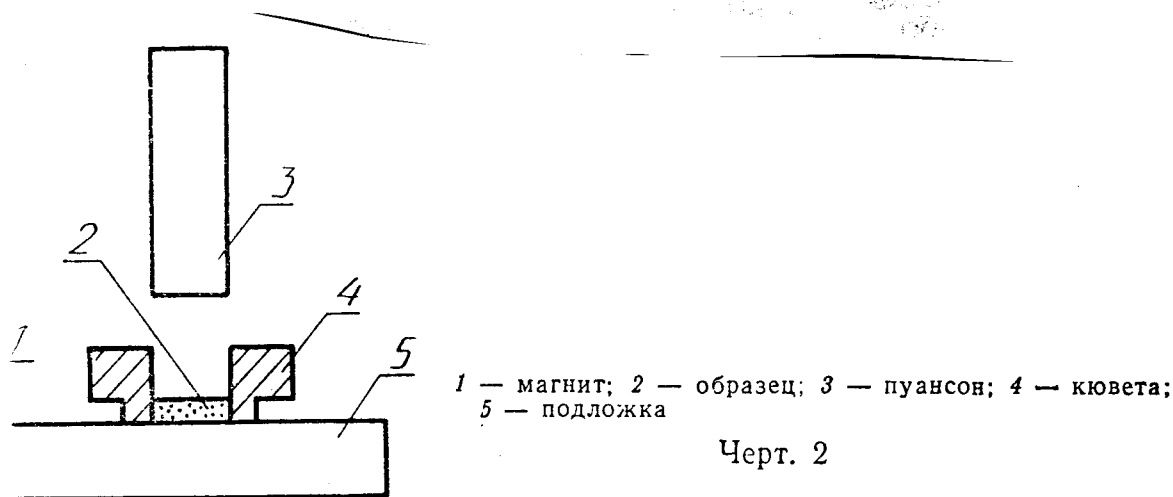
нение № 2 ГОСТ 23862.15—79 Иттрий и его окись. Метод определения при-
окисей празеодима, неодима, самария, европия, тербия, диспрозия, голь-
эрья, тулия и иттербия

ождено и введено в действие Постановлением Государственного комитета
по управлению качеством продукции и стандартам от 17.05.90 № 1204

Дата введения 01.01.91

Пункт 3.3 после слов «с кварцевым окном» дополнить абзацем: «При ис-
новании кювет без кварцевых окон (черт. 2) применяют следующий способ:

кювету (4) помещают на шлифованную поверхность подложки (5) и сбоку при-
крепляют магнит (1). В кювету сверху насыпают образец (2) и прессуют пуан-
соном (3) с усилием 10 кг».



Черт. 2

(ИУС № 8 1990 г.)