

**ЛАНТАН, НЕОДИМ, ГАДОЛИНИЙ, ДИСПРОЗИЙ,  
ИТТРИЙ И ИХ ОКСИДЫ**

**Метод определения примесей оксидов празеодима,  
самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия**

**ГОСТ  
23862.13-79**

Lanthanum, neodymium, gadolinium, dysprosium, yttrium,  
and their oxides. Method of determination of impurities  
as oxides of praseodymium, samarium, europium, gadoli-  
nium, terbium, dysprosium

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 примесей оксидов празеодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия в лантане, неодиме, гадолинии, диспрозии, иттрии и их оксидах.

Метод основан на возбуждении искровым разрядом спектров люминесценции ионов редкоземельных элементов примесей (активаторов) в кристаллофосфорах анализируемых материалов и регистрации полученного излучения. Содержание примесей находят методом добавок.

Определяемые концентрации примесей оксидов:

в лантане и его оксиды:

празеодима от  $5 \cdot 10^{-5}$  до  $2 \cdot 10^{-3}\%$

самария от  $5 \cdot 10^{-5}$  до  $2 \cdot 10^{-3}\%$

диспрозия от  $5 \cdot 10^{-5}$  до  $2 \cdot 10^{-3}\%$

в неодиме и его оксиды:

празеодима от  $5 \cdot 10^{-4}$  до  $5 \cdot 10^{-2}\%$

самария от  $5 \cdot 10^{-4}$  до  $5 \cdot 10^{-2}\%$

в диспрозии и его оксиды:

тербия от  $2 \cdot 10^{-4}$  до  $5 \cdot 10^{-2}\%$

в иттрии, гадолинии и их оксидах:

самария от  $1 \cdot 10^{-5}$  до  $1 \cdot 10^{-3}\%$

европия от  $1 \cdot 10^{-5}$  до  $1 \cdot 10^{-3}\%$

гадолиния от  $1 \cdot 10^{-5}$  до  $1 \cdot 10^{-3}\%$  (только в иттрии и его оксиды)

тербия от  $5 \cdot 10^{-6}$  до  $1 \cdot 10^{-3}\%$

диспрозия от  $5 \cdot 10^{-6}$  до  $1 \cdot 10^{-3}\%$

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Установка для регистрации спектров люминесценции в режиме послесвечения (чертеж).

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

Плитка электрическая.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 120°C.

Ступки и пестики яшмовые или из органического стекла.

Чашки кварцевые вместимостью 30—50 мл.

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 6675—73.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—73, разбавленная 1:1.

Кислота щавелевая ОСЧ 3—4, насыщенный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 2:1.

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч., 1%-ный раствор.

Вода деионизованная (дважды).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Празеодима окись марки ПрО-1.

Самария окись марки СмО-1.

Европия окись марки ЕвО-1.

Гадолия окись марки ГдО-1.

Диспрозия окись марки ДиО-1.

Тербия окись марки ТбО-1.

Иттрия окись марки ИтО-ИтГР, чистая по тербию.

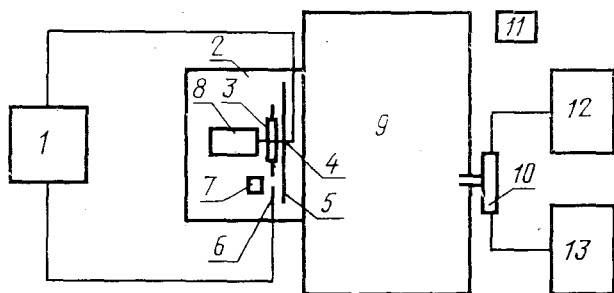
Лантана окись марки ЛаО-СС, чистая по празеодиму и самарию.

Растворы I запасные празеодима, самария, диспрозия, тербия, содержащие 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, перемешивают.

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

Растворы II запасные самария, европия, гадолиния, диспрозия, тербия, содержащие 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 азотной 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 II рабочие, содержащие 1 мкг/мл РЗЭ (в расчете на окись), готовят разбавлением запасных растворов II водой в 1000 раз.



1—искровой генератор ИГ-3; 2—экранирующий кожух; 3—диск обтюлятора с четырьмя подвижными вольфрамовыми электродами; 4—меднографитовая щетка; 5—лопасти обтюлятора; 6—неподвижный вольфрамовый электрод; 7—кювета с кристаллофосфором; 8—электроумножитель СЛ-521; 9—дифракционный монохроматор МДР-2; 10—фотоумножитель ФЭУ-18; 11—электродвигатель РД-09; 12—выпрямитель высоковольтный стабилизированный ВСВ-2; 13—электронный самонаписец

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

#### 3.1. Приготовление кристаллофосфоров

3.1.1. Кристаллофосфоры из лантана: в четыре кварцевые чашки помещают по 300 мг анализируемой пробы окиси лантана (или соответствующее количество металла), приливают по 2 мл раствора хлористого натрия и по 0,5—1 мл соляной кислоты. В две чашки вводят рабочие растворы I празеодима, самария, диспрозия (1 мкг/мл) так, чтобы содержание указанных РЗЭ превышало предполагаемое содержание их в пробе в 1,5—3 раза. Затем все четыре чашки помещают на электрическую плитку, анализируемые пробы растворяют, упаривают досуха, прокаливают в муфельной печи при 700—750°C в течение 20—25 мин и охлаждают до комнатной температуры.

3.1.2. Кристаллофосфоры из неодима: в стакан вместимостью 50 мл помещают 150 мг анализируемой пробы окиси неодима (или соответствующее количество металла), смачивают водой, прили-

течение 30 мин. Затем переносят с фильтра в фарфоровые лодочки длиной 100 мм, прокаливают в муфельной печи при 1000—1100°C в течение 1 ч и охлаждают до комнатной температуры.

### 3.2. Возбуждение и регистрация спектров люминесценции

Каждый кристаллофосфор растирают в ступке и помещают в кювету с кварцевым окном. При анализе каждой окиси возбуждают и регистрируют спектр люминесценции четырех кристаллофосфоров последовательно, начиная с большей добавки. Кювету с кристаллофосфором помещают позади диска обтюлятора (см. чертеж). Спектр люминесценции возбуждают искровым разрядом между неподвижным вольфрамовым электродом и одним из четырех подвижных вольфрамовых электродов, укрепленных на металлическом диске обтюлятора, вращаемом двигателем СЛ-521 со скоростью 3000 об/мин. При этом входная щель монохроматора закрыта шторкой обтюлятора. Ширина входной щели монохроматора 15—20 мкм, выходной — 20—40 мкм. Через  $2 \cdot 10^{-4}$  с после прекращения искрового разряда входная щель монохроматора открывается и регистрируется послесвечение кристаллофосфора в течение  $2 \cdot 10^{-3}$  с.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. В каждой регистрограмме измеряют высоту ( $h$ ) пика аналитической линии элемента примеси (см. табл. 1).

Таблица 1

Элемент	Регистрируемый участок спектра, нм	Длина волны аналитической линии, нм	Основа
Празеодим Самарий	615—635	628	В лантане и неодиме
	550—580	565	В иттрии и гадолинии
	590—610	600	В лантане и неодиме
Европий Гадолиний	600—630	612	В иттрии и гадолинии
	300—330	319	В иттрии
Диспрозий	560—590	572	В иттрии и гадолинии
	565—580	570	В лантане
Тербий	530—560	544	В иттрии и гадолинии
	535—552	543	В диспрозии

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 окиси, %;

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

Если величины добавок не удовлетворяют требованиям, изложенным в п. 3.1, анализ повторяют с введением новых добавок.

4.2. При контроле воспроизводимости результатов параллельных определений по двум параллельным значениям  $h_1$  и  $h_2$ , полученным по двум регистрограммам для кристаллофосфоров, приготовленных из пробы без добавок, вычисляют значения  $X_1$  и  $X_2$  — результаты каждого из параллельных определений. Расхождения результатов двух параллельных определений и результатов двух анализов не должны превышать величин допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Основа	Определяемая примесь	Допускаемые расхождения
Лантан и его окись	Окись празеодима	2,0
	Окись самария	3,0
	Окись диспрозия	3,0
Неодим и его окись	Окись празеодима	2,4
	Окись самария	3,6
Диспрозий и его окись	Окись тербия	1,9
	Окись самария	2,0
Иттрий и гадолиний и их окиси	Окись европия	2,8
	Окись гадолиния	2,3
	Окись диспрозия	3,0
	Окись тербия	2,7

ление № 2 ГОСТ 23862.13—79 Лантан, неодим, гадолиний, диспрозий, ит-тербий и их окиси. Метод определения примесей окисей празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия

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

Дата введения 01.01.91

водная часть. Четвертый абзац. После слов «в неодиме и его окиси» заменить слова: «празеодима от  $5 \cdot 10^{-4}$  до  $5 \cdot 10^{-2}$  %» на «празеодима от  $3 \cdot 10^{-3}$  до  $3 \cdot 10^{-1}$  %».

Раздел 2. Десятый, одиннадцатый абзацы исключить;

чертеж 2. Подрисуночная подпись. Исключить слова: МДР-3, ФЭУ-35А, ФЭУ-28, ЭППВ-00МЗ;

заменить ссылки: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87, ГОСТ 6675—73 на ГОСТ 6675—80.

Пункт 3.1.1. Второй абзац. Заменить слова: «Полученные кристаллофосфоры слегка растирают в ниобиевой ступке, помещают в пресс-форму и прессуют

при постоянном усилии 0,5—1 т. Полученные таблетки диаметром 10 мм хранят в эксикаторе в пакетах из кальки» на «Полученные кристаллофосфоры слегка растирают в ниобиевой ступке и хранят в эксикаторе в пакетах из кальки».

Пункт 3.1.4. Третий абзац. Заменить значение: ~~1100—1200 °С~~ на ~~1000—1100 °С~~.

Пункт 3.2. Заменить слова: «со скоростью 3000 об/мин» на «с частотой вращения 50 с<sup>-1</sup>».

Пункт 3.2.1. Заменить слова: «каждой таблетки-кристаллофосфора» на «каждого кристаллофосфора», «Таблетку» на «Кристаллофосфор»;

после слов «входной щели монохроматора» дополнить словами: «и напряжение на ФЭУ»; исключить слова: «Напряжение на ФЭУ 800 В при определении неодима и 600 В при определении празеодима и самария».

(ИУС № 8 1990 г.)