

ЛАНТАН, ИТРИЙ И ИХ ОКСИДЫ

Метод определения оксидов неодима и эрбия

Lanthanum, yttrium and their oxides. Method of determination of neodymium and erbium oxides

ГОСТ
23862.14-79

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 неодима и эрбия в лантане, иттрии и их оксидах.

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

Определяемые концентрации примесей оксидов:

в лантане и его оксиды:

неодима от $5 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$

эрбия от $5 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$

в иттрии и его оксиды:

неодима от $1 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-3}\%$.

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

Плитка электрическая.

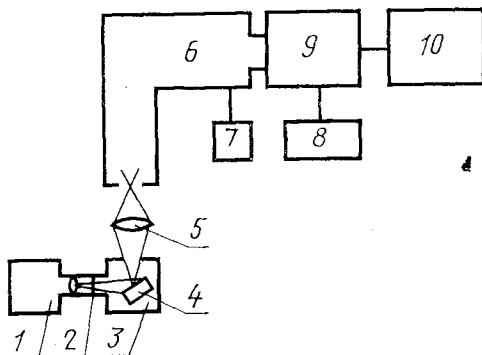
Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 120°C .

Ступки и пестики яшмовые или из органического стекла.

Тигли фарфоровые № 3.

Чашки кварцевые вместимостью 30—50 мл.

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



1—осветитель ОСЛ-1 с ртутной лампой ДРШ-250; 2—светофильтр УФС-6; 3—камера возбуждения; 4—кювета с кристаллофосфором; 5—конденсор; 6—спектрограф ИСП-51; 7—регулятор скорости поворота призмы; 8—высоковольтный стабилизированный источник питания ВСВ-2; 9—фотоэлектрическая приставка ФЭП-1 с фотоумножителем ФЭУ-22; 10—потенциометр самопишущий ЭПП-17М-2

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

Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168—79, 1%-ный раствор.

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.

Неодима окись марки НО-СС.

Эрбия окись марки ЭрО-1.

Растворы I запасные неодима и эрбия, 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 и перемешивают.

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

Раствор II запасной неодима, содержащий 1 мг/мл неодима (в расчете на окись): 100 мг окиси неодима 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.

Раствор II рабочий, содержащий 1 мкг/мл неодима (в расчете на окись), готовят разбавлением запасного раствора II водой в 1000 раз.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Приготовление кристаллофосфоров

3.1.1. Кристаллофосфоры из лантана готовят следующим образом. 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 мл соляной кислоты. В две чашки вводят рабочие растворы I неодима и эрбия (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, анализируемую пробу 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 иттрия: в четыре фарфоровые тигля помещают по 300 мг анализируемой пробы окиси иттрия (или соответствующее количество металла), приливают по 2 мл азотной кислоты. В два тигля вводят рабочий раствор II неодима (1 мкг/мл) так, чтобы содержание неодима превышало предполагаемое содержание его в пробе в 1,5—3 раза. Все четыре тигля помещают на электрическую плитку, анализируемую пробу растворяют, упаривают досуха, прокаливают в муфельной печи при 950—1000°C в течение 3—5 мин и охлаждают до комнатной температуры.

В каждый тигель добавляют по 165 мг ванадиевокислого аммония, тщательно перемешивают стеклянной палочкой, добавляют по 1,5 мл раствора азотнокислого натрия, перемешивают, высушивают в сушильном шкафу при 100—110°C, 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 анализируемой пробы возбуждают и регистрируют спектр люминесценции четырех кристаллофосфоров последовательно, начиная с большей добавки. Кювету с кристаллофосфором помещают в камеру (см. чертеж).

Спектр люминесценции возбуждают излучением ртутной лампы ДРШ-250, пропущенным через светофильтр УФС-6, в диапазоне 365—440 нм. Входная и выходная щели спектрографа ИСП-51 открыты максимально. Напряжение на фотоумножителе ФЭУ-22 1000—1100 В.

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
Неодим	885—900	893	В лантане
Эрбий	880—910	893	В иттрии
	540—560	549	В лантане

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. 3.2, 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 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 неодима	2,0
	Окись эрбия	2,5
Иттрий и его окись	Окись неодима	3,0

ние № 2 ГОСТ 23862.14—79 Лантан, иттрий и их окиси. Метод окисей неодима и эрбия

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

Дата введения 01.01.91

именование стандарта изложить в новой редакции: «лантан, гадолиний, и их окиси. Метод определения примесей окисей неодима, самария, евро-эrbия

lanthanum, gadolinium, yttrium and their oxides. Method of determination of impurities as oxides of neodimium, samarium, europium and erbium».

Первая часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает люминесцентный метод определения окисей неодима, европия, европия и эрбия в лантане, гадолинии, иттрии и их окисях»;

второй абзац после слова «ртутной» дополнить словами: «или ксеноновой»; дополнить абзацами:

гадолиний и его окиси:

самария от $5 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ %

европия от $1 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ %».

Раздел 2 дополнить абзацем (перед первым абзацем):

Спектрофотометр флуоресцентный типа М850 или аналогичный;

после слов «Эрбия окись марки ЭрО-1» дополнить абзацами:

Самария окись марки СмО-1.

Европия окись марки ЕвО-1»;

после слов «Растворы 1 запасные неодима» дополнить словами: «самария, европия»;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

пункт 3.1.1. Заменить слова: «анализируемую пробу растворяют» на «нагревают до растворения».

пункт 3.1.2. Заменить слова: «анализируемую пробу растворяют» на «нагревают до растворения»;

раздел 3 дополнить пунктом — 3.1.3: «3.1.3. Кристаллофосфоры из гадоли-

ния четыре кварцевые чашки помещают по 500 мг анализируемой пробы окисей гадолиния. В две чашки вводят рабочие растворы 1 самария и европия, так

что значение массовых долей определяемых примесей превышало предполагаемое значение в пробе в 1,5—3 раза (навеска пробы должна быть полностью растворена).

В две другие чашки приливают по 0,5—1 см³ воды. Содержимое каждой чашки осторожно перемешивают фторопластовой палочкой, осторо-

жно, чтобы не было выбрасывания пробы, упаривают на электрической плитке, переносят в ступку, добавляют по 275 мг ванадиевоокислого аммония,

тщательно растирают в течение 10—15 мин, добавляя спирт для поддержания

смеси во влажном состоянии, переносят снова в кварцевую чашку, осторожно высушивают на электрической плитке, прокалывают в муфельной печи при

1000—1100 °С в течение 1 ч и охлаждают до комнатной температуры (недопустимо наличие ярко-желтых и коричневых пятен)».

Пункт 3.2 изложить в новой редакции; дополнить пунктами — 3.2.1, 3.2.2: «3.2. Возбуждение и регистрация спектров люминесценции

Каждый кристаллофосфор растирают в ступке и помещают в кювету с кварцевым окном. При анализе каждой пробы возбуждают и регистрируют спектр люминесценции четырех кристаллофосфоров последовательно, начиная с большой добавки.

3.2.1. При анализе лантана, иттрия и их окисей кювету с кристаллофосфором помещают в камеру (см. чертеж). Спектр люминесценции возбуждают излучением ртутной лампы ДРШ-250, пропущенным через светофильтр УФС-6, в диапазоне 365—440 нм. Входная и выходная щели спектрографа ИСП-51 открыты максимально. Напряжение на фотоумножителе ФЭУ-22 1000—1100 В.

3.2.2. При анализе гадолиния и его окиси кювету с кристаллофосфором помещают в кюветное отделение флуоресцентного спектрофотометра М850. Спектр люминесценции возбуждают излучением ксеноновой лампы, используя длину волны $\lambda = 330$ нм.

Ширина щели монохроматора эмиссии — 0,5 нм;
ширина щели монохроматора возбуждения — 20 нм».

Пункт 4.1. Таблицу 1 дополнить элементами и соответствующими нормами:

Элемент	Регистрируемый участок спектра, нм	Длина волны аналитической линии, нм	Основа
Самарий	630—660	649	В гадолинии
Европий	610—630	619	В гадолинии

Пункт 4.2. Второй абзац после слов «двух анализов» дополнить словами: «(отношение большего к меньшему)»;

таблицу 2 дополнить основой и соответствующими нормами:

Основа	Определяемая примесь	Допускаемые расхождения
Гадолиний и его окись	Окись самария	2,0
	Окись европия	1,8

(ИУС № 8 1990 г.)