

ИТРИЙ И ЕГО ОКИСЬ

Метод определения двуокиси церия

ГОСТ

23862.16-79

Yttrium and its oxide. Method of determination of cerium dioxide

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 флуоресцентный метод определения двуокиси церия (от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$) в итрии и его окиси.

Метод основан на возбуждении ртутной или ксеноновой лампы спектра люминесценции иона Ce^{+3} в анализируемом растворе и регистрации полученного излучения. Содержание двуокиси церия находят методом добавок.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофлуориметр МРФ-4 фирмы Хитачи с ксеноновой лампой или аналогичный прибор.

Плитка электрическая.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77 или кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78.

Церия двуокись марки ЦеО-СС.

Раствор церия запасной, содержащий 0,3 мг/мл (в расчете на зоуюкись церия): 150 мг двуокиси церия помещают в стакан вмес-

тимостью 100 мл, приливают 10 мл концентрированной серной кислоты, растворяют при нагревании на электрической плитке с добавлением 20 мл перекиси водорода. Раствор нейтрализуют аммиаком и добавляют избыток аммиака до выпадения осадка гидроксида церия. Осадок отфильтровывают, дважды промывают горячей водой, растворяют в соляной кислоте, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят водой до метки.

Растворы церия рабочие 1—4 (см. таблицу) готовят разбавлением запасного раствора церия водой в 100, 200, 500 и 1000 раз.

Массовая доля двуокиси церия в пробах и рекомендуемые в качестве добавок для этих проб рабочие растворы с различной концентрацией двуокиси церия приведены в таблице.

Массовая доля двуокиси церия, %	Номера рабочих растворов двуокиси церия	Концентрации рабочих растворов (в расчете на двуокись церия), мг/мл
От $5 \cdot 10^{-5}$ до $5 \cdot 10^{-4}$	1	$3 \cdot 10^{-4}$
	2	$6 \cdot 10^{-4}$
От $5 \cdot 10^{-4}$ до $5 \cdot 10^{-3}$	3	$1,5 \cdot 10^{-3}$
	4	$3 \cdot 10^{-3}$

Растворы рекомендованы для двух добавок (меньшей и большей) к пробе при навеске пробы 1 г.

При анализе проб с большей массовой долей двуокиси церия (от $5 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-2}\%$) следует уменьшить навеску анализируемой пробы до 0,1 г, применяя для добавок рабочие растворы 3 и 4.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1—1 г (в зависимости от содержания церия) помещают в стакан вместимостью 100 мл, приливают 10 мл соляной кислоты (1:1), растворяют при нагревании на плитке, добавляя несколько капель перекиси водорода. При наличии желтой окраски раствора добавляют несколько кристалликов (2—5 шт.) двухлористого олова до полного исчезновения окраски. Раствор упаривают до влажных солей, растворяют в минимальном количестве воды, переносят в мерный цилиндр и доводят водой до 10 мл.

В три пробирки вместимостью 15—20 мл вводят пипеткой по 3 мл анализируемого раствора.

В первую пробирку вводят 2 мл воды, во вторую и третью по 2 мл рабочих растворов церия так, чтобы количество церия было

приблизительно равным и превышающим в два раза предполагаемое количество церия в анализируемой пробе.

Одновременно с анализом образца проводят контрольный опыт на реактивы.

3.2. Возбуждение и регистрация спектров люминесценции

Подготовленные растворы заливают поочередно в кварцевую кювету, начиная с большей добавки. Кварцевая кювета помещается в кюветодержатель.

Спектр люминесценции возбуждают излучением ксеноновой лампы. Длина волны линии возбуждения — 255 нм. Полоса возбуждения трехвалентного церия регистрируется в диапазоне 300—400 нм. Максимум полосы — 355 нм. Чувствительность усилителя и выходную щель регулируют в зависимости от величины сигнала.

Входная щель открыта полностью.

Напряжение на фотоумножителе — 800 В.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. В каждой регистрограмме измеряют высоту (h) пика аналитической полосы церия.

Массовую долю двуокиси церия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{h_{\text{пр}} - h_x}{h_d - h_{\text{пр}}} \cdot \frac{C \cdot a \cdot v}{V \cdot m \cdot 10},$$

где $h_{\text{пр}}$ — высота пика полосы церия для раствора пробы, деления шкалы;

h_d — высота пика полосы церия в пробе с добавкой, деления шкалы;

h_x — высота пика полосы контрольного опыта, деления шкалы;

C — концентрация рабочего раствора церия, введенного в качестве добавки, мг/мл;

a — количество введенного рабочего раствора церия, мл;

V — объем раствора, взятый для измерения, мл;

v — общий объем раствора, мл;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее значение двух результатов определений, полученных при расчете по двум добавкам.

4.2. Расхождения результатов двух определений и результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать 1,2.

ение № 2 ГОСТ 23862.16—79 Редкоземельные металлы и их окиси. Метод
ления церия

ждено 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 после слова «церия» дополнить словами: «и тербия»,
слова «сегитум» дополнить словами: «and terbium».

водную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает люминесцентный метод определения церия и тербия в редкоземельных
лах и их окисях.

Метод основан на возбуждении ртутной или ксеноновой лампы спектра
есценции иона Ce^{3+} или иона Tb^{3+} в анализируемом растворе и регистра-
олученного излучения. Массовую долю примесей находят методом доба-

интервалы определяемых массовых долей примесей окисей:

лантане и его окиси:

церия от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ %
тербия от $5 \cdot 10^{-6}$ до $2 \cdot 10^{-3}$ %».

неодиме и его окиси:

церия от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ %

празеодиме и его окиси:

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

самарии и его окиси:

церия от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ %

европии и его окиси:

церия от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ %

гадолинии и его окиси:

тербия от $5 \cdot 10^{-6}$ до $2 \cdot 10^{-3}$ %

диспрозии и его окиси:

церия от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ %
тербия от $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-2}$ %

гольмий и его окиси:

церия от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ %

тулии и его окиси:

церия от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ %
тербия от $5 \cdot 10^{-6}$ до $2 \cdot 10^{-3}$ %

иттербии и его окиси;

церия от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ %

лютеции и его окиси:

тербия от $5 \cdot 10^{-6}$ до $2 \cdot 10^{-3}$ %

в иттрии и его окиси:

церия от $5 \cdot 10^{-5}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ %
тербия от $5 \cdot 10^{-6}$ до $2 \cdot 10^{-3}$ %

Раздел 2 дополнить абзацами (после второго):

«Цилиндры мерные с притертыми пробками вместимостью 10 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 см³.

Стаканы вместимостью 100 см³.

Пипетки стеклянные вместимостью 1 и 10 см³.

Микропипетка ПЛО1—20, вместимостью 0,02 см³»;

дополнить абзацем (после седьмого):

«Тербия окись марки Тв0-И»;

дополнить абзацами и таблицей — 1а: «Раствор тербия запасной, содержа-
щий 1 мг/см³ тербия (в расчете на окись тербия): 0,1 г окиси тербия помещают
в стакан вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты и растворяют
при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и до-
водят водой до метки.

Растворы тербия рабочие с концентрацией 10 мкг/см³ и 100 мкг/см³ тербия (в пересчете на его окись) готовят разбавлением запасного раствора тербия соответственно в 100 и в 10 раз.

Массовая доля окиси тербия в пробах и рекомендуемые в качестве добавок для этих проб растворы с различной концентрацией тербия приведены в табл. 1а.

Таблица 1а

Массовая доля окиси тербия, %	Масса навески, г	Массовая концентрация рабочих растворов (в пересчете на окись тербия), мкг/см ³
От 5·10 ⁻⁶ до 1·10 ⁻⁵	4	10
От 1·10 ⁻⁵ до 5·10 ⁻⁵	2	10
От 5·10 ⁻⁵ до 1·10 ⁻⁴	2	100
От 1·10 ⁻⁴ до 5·10 ⁻⁴	1	100
От 5·10 ⁻⁴ до 2·10 ⁻³	1	1000

исключить ссылку: ГОСТ 36—78.

Раздел 3. Наименование изложить в новой редакции: «3. Определение церия»; дополнить разделом — 3а:

«3а. Определение тербия

3а.1. Навеску анализируемой пробы массой 1—4 г (в зависимости от содержания тербия) помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10—40 см³ ной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании. Раствор упаривают до см³, переводят в мерный цилиндр вместимостью 10 см³ и доводят водой до л³. Анализируемый раствор заливают в кварцевую кювету и регистрируют тр люминесценции тербия в области длин волн 520—570 нм при возбуждении излучением 220 нм. Щель монохроматора возбуждения 20 нм, щель монохроматора эмиссии 10 нм, скорость сканирования 60 нм/мин.

В каждой регистрограмме измеряют высоту пика h полосы люминесценции при 544 нм.

Измеряемый раствор переводят в тот же мерный цилиндр и вводят добавку чего раствора тербия (C_1) на уровне предполагаемого содержания его в е (см. табл. 1а).

Раствор тщательно перемешивают, вновь заливают в кварцевую кювету и регистрируют спектр люминесценции тербия, измеряют высоту пика (h_1).

Раствор с первой добавкой переводят в тот же мерный цилиндр и вводят ю добавку равную первой. Таким образом вторая (суммарная) добавка $2=2C_1$) превышает приблизительно в два раза предполагаемое содержание я в пробе (см. табл. 1а). Раствор тщательно перемешивают и регистрируют тр люминесценции тербия, измеряя высоту пика (h_2).

Пункт 4.2 после слов «табл. 2» дополнить обозначением: 2а; дополнить табл. — 2а:

Таблица 2а

Анализируемая основа	Массовая доля окиси тербия, %	Допускаемые расхождения, %
Лантан, гадолиний, диспрозий, тулий, лютеций, иттрий и их окиси	5·10 ⁻⁶	2·10 ⁻⁶
	5·10 ⁻⁵	2·10 ⁻⁵
	5·10 ⁻⁴	1,3·10 ⁻⁴
	2·10 ⁻³	0,4·10 ⁻³

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3:

«4.3. Массовую долю окиси тербия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C_{1,2} \cdot h}{(h_{1,2} - h) \cdot m} \cdot 10^{-4},$$

где $C_{1,2}$ — масса тербия в первой или второй (суммарной) добавке, мкг;

h — высота пика полосы люминесценции тербия для раствора пробы, мм;

$h_{1,2}$ — высота пика полосы люминесценции тербия для раствора пробы с добавкой первой или второй (суммарной), мм;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее значение двух результатов определений, полученных при расчете по двум добавкам».