Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НЕОДИМ, ГАДОЛИНИЙ, ТЕРБИЙ, ДИСПРОЗИЙ, ГОЛЬМИЙ, ЭРБИЙ, ТУЛИЙ И ИХ ОКИСИ

Химико-спектральный метод определения примесей окисей редкоземельных элементов

ГОСТ 23862.9—79

Neodymium, gadolinium, terbium, holmium, erbium, thulium and their oxides. Chemical-spectral method of determination of impurities in oxides of rare-earth elements

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 химико-спектральный метод определения примесей окисей редкоземельных элементов в неодиме, гадолинии, тербии, диспрозии, гольмии, эрбии, тулии и их окисях.

Метод основан на экстракционно-хроматографическом концентрировании редкоземельных примесей, осаждении их с наполнителем — окисью иттрия и последующем спектральном анализе полученного концентрата.

Интервалы определяемых массовых долей примесей окисей:

в неодиме и его окиси:

гадолиния	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
тербия	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $5 \cdot 10^{-2}$ %
диспрозия	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
гольмия	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $5 \cdot 10^{-2}$ %
эрбия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
тулия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $2 \cdot 10^{-3}$ %
иттербия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $5 \cdot 10^{-3}$ %
лютеция	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $5 \cdot 10^{-3}$ %

в гадолинии и его окиси:

тербия	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $1 \cdot 10^{-1}$ %
диспрозия	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $2 \cdot 10^{-2}$ %
гольмия	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $2 \cdot 10^{-2}$ %
эрбия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $5 \cdot 10^{-3}$ %
тулия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $2 \cdot 10^{-3}$ %
иттербия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-3}$ %
лютеция	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %

в тербии и его окиси:

лантана	от $7 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
церия	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $2 \cdot 10^{-2}$ %
празеодима	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $2 \cdot 10^{-2}$ %
неодима	от $7 \cdot 10^{-5}$ % до $5 \cdot 10^{-2}$ %
самария	от $7 \cdot 10^{-5}$ % до $5 \cdot 10^{-2}$ %
европия	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $2 \cdot 10^{-2}$ %
гадолиния	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
диспрозия	от $7 \cdot 10^{-4}$ % до $5 \cdot 10^{-2}$ %
гольмия	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
эрбия	от $7 \cdot 10^{-4}$ % до $5 \cdot 10^{-2}$ %
тулия	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
иттербия	от $7 \cdot 10^{-5}$ % до $5 \cdot 10^{-3}$ %
лютеция	от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1 \cdot 10^{-1}$ %

в гольмии и его окиси:

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

в тулии и его окиси:

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1985 г. (ИУС 7—85).

gost.e-ecolog.ru

празеодима	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $1 м 10^{-2}$ %
неодима	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $1 м 10^{-2}$ %
самария	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $2 м 10^{-2}$ %
европия	от $2 \cdot 10^{-6}$ % до $5 м 10^{-3}$ %
гадолиния	от $5 \cdot 10^{-6}$ % до $2 \cdot 10^{-3}$ %
тербия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $1 м 10^{-2}$ %
диспрозия	от $5 \cdot 10^{-6}$ % до $2 \cdot 10^{-2}$ %
гольмия	от $5 \cdot 10^{-6}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
эрбия	от $5 \cdot 10^{-6}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
иттербия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $5 м 10^{-2}$ %
лютеция	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $1 м 10^{-2}$ %
в диспрозии и его окиси:	
лантана	от $2 \cdot 10^{-6}$ % до $1 м 10^{-2}$ %
церия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $5 м 10^{-2}$ %
празеодима	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $5 м 10^{-2}$ %
неодима	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $2 м 10^{-2}$ %
самария	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $2 м 10^{-2}$ %
европия	от $2 \cdot 10^{-6}$ % до $5 м 10^{-2}$ %
гадолиния	от $5 \cdot 10^{-6}$ % до $5 м 10^{-3}$ %
тербия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $5 м 10^{-2}$ %
гольмия	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
эрбия	от $1 \cdot 10^{-5}$ % до $2 м 10^{-1}$ %
тулия	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $5 м 10^{-2}$ %
иттербия	от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $1 м 10^{-1}$ %
лютеция	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $5 м 10^{-2}$ %
в эрбии и его окиси:	
лантана	от $4 \cdot 10^{-6}$ % до $5 \cdot 10^{-3}$ %
празеодима	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $2 \cdot 10^{-2}$ %
неодима	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %
самария	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $5 \cdot 10^{-2}$ %
европия	от $4 \cdot 10^{-6}$ % до $2 \cdot 10^{-2}$ %
гадолиния	от $1 \cdot 10^{-5}$ % до $2 \cdot 10^{-3}$ %
тербия	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-1}$ %
диспрозия	от $1 \cdot 10^{-5}$ % до $2 \cdot 10^{-3}$ %
гольмия	от $1 \cdot 10^{-5}$ % до $5 \cdot 10^{-3}$ %
тулия	от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $2 \cdot 10^{-3}$ %
иттербия	от $4 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-3}$ %
лютеция	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

Колонки хроматографические из молибденового стекла высотой 600—800 мм с водяной рубашкой (см. ГОСТ 23862.7—79, черт. 1).

Колонка кварцевая с внутренним диаметром 15 мм, высотой 35 мм.

Испарители из молибденового стекла (см. черт. 2 ГОСТ 23862.7—79).

Термостат ТС-16 или аналогичный, обеспечивающий температуру воды до (40±2) °С.

Потенциометр ЛПУ-01 или аналогичный для измерений pH в интервале 1—11.

Мельница шаровая металлическая диаметром 210 мм, высотой 200 мм, массой 4 кг.

Шары металлические диаметром 30 мм, 25 шт.

Сита металлические.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 200 °С.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 1000 °С.

Мотор швейный ДШС-2.

Спектрограф дифракционный ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм, работающей в первом порядке отражения, с однолинзовой и трехлинзовой системой освещения.

Генератор дуговой типа ДГ-2 с дополнительным реостатом или аналогичный, пригодный для поджига дуги постоянного тока высокочастотным разрядом.

Спектропроектор ПС-18 или аналогичный.

Выпрямитель 250—300 В, 30—50 А.

Микрофотометр нерегистрирующий типа МФ-2 или аналогичный.

Весы аналитические.

Весы торсионные типа ВТ-500 или аналогичные.

Станок для заточки электродов.

Плитка электрическая.

Насос водоструйный лабораторный стеклянный по ГОСТ 25336—82.

Камера из кварца, состоящая из цилиндра высотой 40—45 мм, диаметром 50 мм, изготовленного из оптического кварца и двух круглых пластин диаметром 70 мм из технического кварца. Кварцевый цилиндр свободно лежит на нижней пластине, верхнюю пластину опускают на цилиндр. В каждой из пластин имеется по отводной трубке для подачи газов и по отверстию для электродов.

Ротаметры типа РС-3.

Редукторы кислородные.

Манометры по ГОСТ 2405—88 1—4 кгс/см^2.

Угли спектральные ОСЧ-7—3 диаметром 6 мм.

Электроды, выточенные из углей спектральных ОСЧ-7—3, заточенные на усеченный конус с углом при вершине 15° и площадкой диаметром 1,5 мм.

Электроды, выточенные из углей спектральных ОСЧ-7—3 с бортиком высотой 1 мм.

Электроды, выточенные из углей спектральных ОСЧ-7—3 с каналом глубиной 5 мм, диаметром 2 мм и толщиной стенок 1 мм.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463—79.

Пластинки фотографические тип 1 размером 9×24 или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий в спектре.

Баня водяная.

Воронки Бюхнера диаметром 132 мм, 120—140 мм.

Воронки делительные вместимостью 1000, 2000 см^3.

Микропипетки на 0,1 см^3, гидрофобизированные диметилдихлорсиланом. Для этого внутреннюю часть пипетки 2—3 раза промывают диметилдихлорсиланом и высушивают при 120 °С.

Бюретки вместимостью 25 см^3.

Колба стеклянная вместимостью 1000 см^3 с обратным холодильником.

Мешалка стеклянная пропеллерная.

Тигли кварцевые вместимостью 10—15 см^3 гидрофобизированные: внутренние стенки кварцевого тигля обмывают диметилдихлорсиланом и высушивают при 120 °С.

Прибор для перегонки с колбой Вюрца, вместимостью 500, 1000 см^3.

Пробки резиновые.

Пленка полиэтиленовая.

Бумага универсальная индикаторная pH 1—10.

Силикагель марки КСК № 2 или 2,5.

Фторопласт-4 (тефлон), порошок с размером гранул ~ 0,1 мм.

Вата тефлоновая.

Окиси редкоземельных элементов: лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция, иттрия, чистые по определяемым примесям.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, 0,5 моль/дм^3 раствор.

Стандартные растворы лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия и лютеция, содержащие 10 мг/см^3 одного из РЗЭ в расчете на окись. Каждый раствор готовят отдельно: 1 г соответствующей окиси РЗЭ помещают в стакан вместимостью 100 см^3, прибавляют 10 см^3 соляной кислоты (1 : 1) и нагревают до полного растворения окиси; раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем до метки водой.

Растворы внутреннего стандарта, содержащие по 1 мг/см^3 церия или по 1 мг/см^3 эрбия; готовят разбавлением 10 см^3 стандартного раствора церия (10 мг/см^3) или 10 см^3 стандартного раствора эрбия (10 мг/см^3) в десять раз 1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты.

Раствор 1, содержащий по 0,1 мг/см^3 лантана, церия, празеодима, неодима, самария и европия в расчете на окись: по 1 см^3 каждого стандартного раствора (10 мг/см^3) лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем до метки 1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты.

Раствор 2, содержащий по 0,1 мг/см^3 гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия и лютеция в расчете на окись: по 1 см^3 каждого стандартного раствора (10 мг/см^3) гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия и лютеция помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем до метки 1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, х. ч., насыщенный раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, растворы с концентрациями 100 г/дм^3 и 20 г/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 0,1; 0,5; 1; 2; 3 моль/дм^3 растворы.

Соляная кислота по ГОСТ 3118—77, х. ч., концентрированная и титрованные растворы: 0,01; 0,1; 0,3; 0,4; 0,5; 0,8; 1; 1,1; 1,2; 1,5; 2; 2,2; 2,4; 2,5; 3; 4; 5; 7 моль/дм^3.

Кислота соляная дважды перегнанная, 1,5 моль/дм^3 раствор.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, х. ч., насыщенный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., концентрированная, 3,5; 7 моль/дм^3 растворы.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, х. ч., концентрированная и 1 моль/дм^3 раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, х. ч., концентрированный, 5 %-ный раствор.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Арсеназо-III, раствор с концентрацией 0,2 г/дм^3.

Фенолфталеин по НТД, спиртовой раствор с концентрацией 10 г/дм^3.

Ди-(2-этилгексил) фосфорная кислота (Д2ЭГФК), техническая (50—70 %) и улучшенная (не менее 95 %).

Д2ЭГФК 100 %: получают из технической Д2ЭГФК или из улучшенной Д2ЭГФК очисткой по ГОСТ 23862.7—79.

Эфир этиловый.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Диметилдихлорсилан.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.

Диметилдихлорсилан, раствор в четыреххлористом углероде (1 : 4).

Бензол по ГОСТ 5955—75.

Полистирол.

Раствор полистирола в бензоле с концентрацией 20 г/дм^3 готовят в день употребления.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Образцы сравнения (ОС) готовят непосредственно перед фотографированием спектров смешиванием в соотношении 1 : 1 образцов на графите порошковом (ОГП) и чистой по определяемым примесям окиси иттрия.

3.2. Образцы на графите порошковом (ОГП) готовят перемешиванием порошкового графита с окисями редкоземельных элементов. Для приготовления ОГП1, содержащего по 1 % (по массе) окисей гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия и лютеция, в яшмовую ступку помещают 1,82 г порошкового графита и по 20 мг свежепрокаленных окисей гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия и лютеция. Содержимое перемешивают в течение 30 мин, добавляют спирт, поддерживая кашицеобразное состояние массы. После окончания перемешивания спирт выжигают и перемешивают массу в течение 3 мин. Образцы ОГП 2 — ОГП 10 готовят последовательным разбавлением ОГП 1, а затем каждого последующего образца порошкового графита, повторяя каждый раз процедуру перемешивания и выжигания спирта, как описано для приготовления образца ОГП 1. Содержание каждой из определяемых примесей в образцах ОГП 1 — ОГП 10 и вводимые в смесь навески графитового порошка и предыдущего образца указаны в табл. 1.

Таблица 1

Обозначение образца	Массовая доля каждой из определяемых примесей в расчете на содержание окисей в смеси окисей и порошкового графита, %	Масса навески, г	
		порошкового графита	предыдущего образца (в скобках указано его обозначение)
ОГП 1	1,0	—	—
ОГП 2	$5 \cdot 10^{-1}$	0,885	0,885 (ОГП 1)
ОГП 3	$2 \cdot 10^{-1}$	1,155	0,770 (ОГП 2)
ОГП 4	$1 \cdot 10^{-1}$	0,940	0,940 (ОГП 3)
ОГП 5	$5 \cdot 10^{-2}$	0,880	0,880 (ОГП 4)
ОГП 6	$2 \cdot 10^{-2}$	1,140	0,760 (ОГП 5)
ОГП 7	$1 \cdot 10^{-2}$	0,900	0,900 (ОГП 6)
ОГП 8	$5 \cdot 10^{-3}$	0,800	0,800 (ОГП 7)
ОГП 9	$2 \cdot 10^{-3}$	0,900	0,600 (ОГП 8)
ОГП 10	$1 \cdot 10^{-3}$	0,500	0,500 (ОГП 9)

3.3. Приготовление смесей с внутренним стандартом

Смесь порошкового графита и двуокиси церия (ОГЦ), содержащую 4 % двуокиси церия, готовят, смешивая 960 мг порошкового графита и 40 мг двуокиси церия в яшмовой ступке в течение 30 мин при добавлении спирта, поддерживая кашицеобразное состояние массы. Затем спирт выжигают и смесь перемешивают в течение 3 мин.

Смесь окиси иттрия и двуокиси церия (ОИЦ), содержащую 4 % двуокиси церия, готовят, смешивая 960 мг окиси иттрия и 40 мг двуокиси церия в яшмовой ступке и далее поступают, как при приготовлении ОГЦ.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Анализ неодима или его окиси

Определение содержания окисей гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей получают в экстракционно-хроматографической колонке с водяной рубашкой. Внутренний диаметр колонки 16 мм. Колонка заполнена сорбентом (25 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 15 см³ 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 40 см³). Заполнение колонки по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79. Навеску металлического неодима массой 0,86 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см³, добавляют 6—8 см³ 7 моль/дм³ соляной кислоты, 0,5 см³ пероксида водорода и нагревают до растворения. Раствор упаривают до влажных солей; хлориды РЗЭ растворяют в 30 см³ 0,1 моль/дм³ соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на экстракционно-хроматографической колонке по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 0,7 моль/дм³ соляной кислотой объемом 5 см³. Промывной раствор пропускают через колонку. Затем через колонку пропускают 0,7 моль/дм³ соляную кислоту, 90 см³ элюата собирают в стакан (раствор неодима). Далее элюат собирают в пробирки порциями по 5 см³, в каждой из которых определяют наличие неодима по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79. Порции элюата, не содержащие неодим, переносят в испаритель и упаривают с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 300 см³ 7 моль/дм³ соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см³ и переносят в стакан вместимостью 50 см³ (концентрат примесей РЗЭ).

К концентрату примесей РЗЭ добавляют 20 мг окиси иттрия, нагревают до полного растворения, подготавливают к спектральному анализу по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79 и анализируют по методике, приведенной в п. 4.8 настоящего стандарта.

Массовую долю окисей гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля определяемой примеси в полученной окиси иттрия, обогащенной примесями РЗЭ, %.

4.2. Анализ гадолиния или его окиси

Определение содержания окисей тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей получают в экстракционно-хроматографической колонке с водяной рубашкой. Внутренний диаметр колонки 16 мм. Колонка заполнена сорбентом (25 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 15 см³ 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 40 см³). Заполнение колонки по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Навеску металлического гадолиния массой 0,87 г или 1 г его окиси помещают, в стакан вместимостью 50 см³, добавляют 6—8 см³ 7 моль/дм³ соляной кислоты, 0,5 см³ пероксида водорода и нагревают до растворения. Раствор упаривают до влажных солей, хлориды РЗЭ растворяют в 30 см³ 0,83 моль/дм³ соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на экстракционно-хроматографической колонке по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 1,4 моль/дм³ соляной кислотой объемом 5 см³. Промывной раствор пропускают через колонку. Затем через колонку пропускают 1,4 моль/дм³ соляную кислоту. 100 см³ элюата собирают в стакан (раствор гадолиния). Далее элюат собирают

порциями по 5 см³, в каждой из которых определяют наличие гадолиния по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79. Порции элюата, не содержащие гадолиний, переносят в испаритель и упаривают с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 300 см³ 7 моль/дм³ соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см³ и переносят в стакан вместимостью 50 см³ (концентрат примесей РЗЭ).

К концентрату примесей РЗЭ добавляют 20 мг окиси иттрия, нагревают до полного растворения, подготавливают к спектральному анализу по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79 и анализируют по методике, приведенной в п. 4.8 настоящего стандарта.

Массовую долю окисей тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля определяемой примеси в полученной окиси иттрия, обогащенной примесями РЗЭ, %.

4.3. Анализ тербия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей РЗЭ получают в экстракционно-хроматографической колонке диаметром 26 мм. Колонка заполнена сорбентом (100 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 60 см³ 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем колонки 160 см³). Заполнение колонки по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Навеску металлического тербия массой 1,28 г или 1,5 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см³, добавляют 6—10 см³ концентрированной соляной кислоты и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, хлориды РЗЭ растворяют в 45 см³ 1 моль/дм³ соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 1 моль/дм³ соляной кислотой объемом 30 см³. Промывной раствор пропускают через колонку. Затем через колонку пропускают 1,2 моль/дм³ соляную кислоту. Первые 100 см³ элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 200 см³ элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 500 см³. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см³, в каждой из которых определяют наличие тербия по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Порции элюата, не содержащие тербий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 см³ и переносят в стакан вместимостью 50 см³ (концентрат I). После того, как в элюате будет обнаружен тербий, через колонку пропускают 2 моль/дм³ соляную кислоту. Первые 60 см³ элюата отбрасывают, следующие 300 см³ элюата собирают в стакан (раствор чистого тербия). Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см³, в каждой из которых определяют наличие тербия по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79. Порции элюата, не содержащие тербий, переносят в испаритель и упаривают с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 1500 см³ 7 моль/дм³ соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см³ и переносят в стакан вместимостью 50 см³ (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния;

в концентрате II — окисей диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция.

В концентрат I добавляют 20 мг окиси иттрия, в концентрат II — 20 мг окиси тербия, нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по методике, приведенной в разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Полученные окиси иттрия и тербия, обогащенные примесями РЗЭ, подвергают спектральному анализу по ГОСТ 23862.1—79.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{A}{75},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси иттрия, %.

Массовую долю окисей диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{A}{75},$$

где A — массовая доля окиси определяемого элемента в обогащенной окиси тербия, %.

4.4. Анализ диспрозия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, гольмия, эрбия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей получают в экстракционно-хроматографической колонке с водяной рубашкой. Внутренний диаметр колонки 33 мм. Колонка заполнена сорбентом (150 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 90 см³ 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 240 см³). Заполнение колонки по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Навеску металлического диспрозия массой 0,87 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см³, добавляют 6—8 см³ 7 моль/дм³ соляной кислоты, 0,5 см³ пероксида водорода и нагревают до растворения. Раствор упаривают до влажных солей, хлориды РЗЭ растворяют в 30 см³ 1,1 моль/дм³ соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на колонке по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 1,6 моль/дм³ соляной кислотой объемом 30 см³. Промывной раствор пропускают через колонку. Затем через колонку пропускают 1,6 моль/дм³ соляную кислоту. Первые 150 см³ элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 550 см³ элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 см³. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см³, в каждой из которых определяют наличие диспрозия по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79. Порции элюата, не содержащие диспрозий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 см³ и переносят в стакан вместимостью 50 см³ (концентрат I). После того, как в элюате будет обнаружен диспрозий, через колонку пропуская 2,4 моль/дм³ соляную кислоту, 600 см³ элюата собирают в стакан (раствор чистого диспрозия).

Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см³, в каждой из которых определяют наличие диспрозия по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Порции элюата, не содержащие диспрозий, переносят в испаритель и упаривают с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 2600 см³ 7 моль/дм³ соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см³ и переносят в стакан вместимостью 50 см³ (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия;

в концентрате II — гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция.

Концентрат I делят на две равные части по объему, каждую переносят в стакан вместимостью 50 см³. В один стакан добавляют 0,02 см³ раствора внутреннего стандарта эрбия (1 мг/см³) — концентрат легких РЗЭ. В другой добавляют 0,02 см³ раствора внутреннего стандарта церия (1 мг/см³) — концентрат тяжелых РЗЭ. Каждый из концентратов подготавливают к спектральному анализу и анализируют по разд. 3, 4 ГОСТ 23862.8—79.

К концентрату II добавляют 20 мг окиси иттрия, нагревают до полного растворения, подготавливают к спектральному анализу по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79 и анализируют по методике, приведенной в п. 4.8 настоящего стандарта.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{2m_1}{m} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса определяемой примеси, мкг;

m — навеска пробы, г.

Массовую долю окиси гольмия (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{A}{40},$$

где A — массовая доля окиси гольмия в полученной окиси иттрия, обогащенной примесями РЗЭ, %.

Массовую долю окисей эрбия, тулия, иттербия, лютеция (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{A}{50},$$

где A — массовая доля определяемой примеси в полученной окиси иттрия, обогащенной примесями РЗЭ, %.

4.5. Анализ гольмия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей получают в экстракционно-хроматографической колонке с водяной рубашкой. Внутренний диаметр колонки 33 мм. Колонка заполнена сорбентом (150 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 90 см³ 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 240 см³). Заполнение колонки по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Навеску металлического гольмия массой 0,44 г или 0,5 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см³, добавляют 6—8 см³ 7 моль/дм³ соляной кислоты, 0,5 см³ пероксида водорода и нагревают до растворения. Раствор упаривают до влажных солей, хлориды РЗЭ растворяют в 15 см³ 1,3 моль/дм³ соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на экстракционно-хроматографической колонке по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 1,8 моль/дм³ соляной кислотой объемом 15 см³. Промывной раствор пропускают через колонку. Затем через колонку пропускают 1,8 моль/дм³ соляную кислоту. Первые 150 см³ элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 900 см³ элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 2000 см³. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см³, в каждой из которых определяют наличие гольмия по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Порции элюата, не содержащие гольмий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 см³ и переносят в стакан вместимостью 50 см³ (концентрат I). После того, как в элюате будет обнаружен гольмий, через колонку пропускают 3,5 моль/дм³ соляную кислоту. 450 см³ элюата собирают в стакан (раствор чистого гольмия). Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см³, в каждой из которых определяют наличие гольмия по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79. Порции элюата, не содержащие гольмий, переносят в испаритель и упаривают с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 2600 см³ 7 моль/дм³ соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см³ и переносят в стакан вместимостью 50 см³ (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия;

в концентрате II — эрбия, тулия, иттербия, лютеция.

Концентрат I делят на две равные части по объему, каждую переносят в стакан вместимостью 50 см³. В один стакан добавляют 0,02 см³ раствора внутреннего стандарта эрбия (1 мг/см³) — концентрат легких РЗЭ, в другой добавляют 0,02 см³ раствора внутреннего стандарта церия (1 мг/см³) — концентрат тяжелых РЗЭ. Каждый из концентратов подготавливают к спектральному анализу по разд. 3, 4 ГОСТ 23862.8—79.

К концентрату II добавляют 20 мг окиси иттрия, нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79, а затем анализируют по методике, приведенной в п. 4.8 настоящего стандарта.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{2m_1}{m} \cdot 10^{-4},$$

Массовую долю окиси диспрозия (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{2{,}4m_1}{m} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса определяемой примеси, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

Массовую долю окисей эрбия, тулия, иттербия и лютеция (X_9) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окисей эрбия, тулия, иттербия, лютеция в полученной окиси иттрия, обогащенной примесями РЗЭ, %.

4.6. Анализ эрбия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, тулия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей получают в экстракционно-хроматографической колонке с водяной рубашкой. Внутренний диаметр колонки 33 мм. Колонка заполнена сорбентом (150 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 90 см³ 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 240 см³). Заполнение колонки по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Навеску металлического эрбия массой 0,44 г или 0,5 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 см³, добавляют 6—8 см³ 7 моль/дм³ соляной кислоты, 0,5 см³ пероксида водорода и нагревают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, хлориды РЗЭ растворяют в 15 см³ 2,1 моль/дм³ соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на экстракционно-хроматографической колонке по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 2,1 моль/дм³ соляной кислотой объемом 15 см³. Промывной раствор пропускают через колонку. Затем через колонку пропускают 2,4 моль/дм³ соляную кислоту. Первые 150 см³ элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 700 см³ элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 см³. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см³, в каждой из которых определяют наличие эрбия по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79. Порции элюата, не содержащие эрбий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 см³ и переносят в стакан вместимостью 50 см³ (концентрат I). После того, как в элюате будет обнаружен эрбий, через колонку пропускают 4,4 моль/дм³ соляную кислоту, 400 см³ элюата собирают в стакан (раствор чистого эрбия). Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 см³, в каждой из которых определяют наличие эрбия по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Порции элюата, не содержащие эрбий, переносят в испаритель и упаривают с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 2000 см³ 7 моль/дм³ соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 см³ и переносят в стакан вместимостью 50 см³ (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, в концентрате II — тулия, иттербия, лютеция.

К концентрату I добавляют 0,04 см³ раствора внутреннего стандарта церия (1 мг/см³), подготавливают к спектральному анализу и анализируют по разд. 3, 4 ГОСТ 23862.8—79.

К концентрату II добавляют 20 мг окиси иттрия, нагревают до полного растворения, подготавливают к спектральному анализу по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79 и анализируют по методике, приведенной в п. 4.8 настоящего стандарта.

Массовую долю окисей лантана, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия (X_{10}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10} = \frac{2m_1}{m} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса определяемой примеси, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

Массовую долю окисей тулия, иттербия и лютеция (X_{11}) в анализируемой пробе в процентах вычисляют по формуле

$$X_{11} = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окисей тулия, иттербия, лютеция в полученной окиси иттрия, обогащенной примесями РЗЭ, %.

4.7. Анализ тулия или его окиси

Определение содержания окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, иттербия, лютеция

Концентраты примесей получают в экстракционно-хроматографической колонке с водяной рубашкой. Внутренний диаметр колонки 33 мм. Колонка заполнена сорбентом (150 г силикагеля с размером зерна 0,06—0,07 мм + 90 $см^3$ 100 %-ной Д2ЭГФК, свободный объем сорбента 240 $см^3$). Заполнение колонки по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Навеску металлического тулия массой 0,88 г или 1 г его окиси помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$, добавляют 6—8 $см^3$ 7 моль/$дм^3$ соляной кислоты, 0,5 $см^3$ пероксида водорода и нагревают до растворения. Раствор упаривают до влажных солей, хлориды РЗЭ растворяют в 30 $см^3$ 3 моль/$дм^3$ соляной кислоты и пропускают через экстракционно-хроматографическую колонку. Техника работы на экстракционно-хроматографической колонке по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79.

Стакан, в котором растворялась проба, промывают 3,5 моль/$дм^3$ соляной кислотой объемом 30 $см^3$. Промывной раствор пропускают через колонку. Затем через колонку пропускают 3,5 моль/$дм^3$ соляную кислоту. Первые 150 $см^3$ элюата, включая объем раствора пробы и промывного раствора, отбрасывают, следующие 750 $см^3$ элюата собирают в мерный цилиндр вместимостью 1000 $см^3$. Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 $см^3$, в каждой из которых определяют наличие тулия по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79. Порции элюата, не содержащие тулий, добавляют к основной порции элюата в мерном цилиндре, упаривают в испарителе до объема 15—20 $см^3$ и переносят в стакан вместимостью 50 $см^3$ (концентрат I). После того, как в элюате будет обнаружен тулий, через колонку пропускают 6 моль/$дм^3$ соляную кислоту, 400 $см^3$ элюата собирают в стакан (раствор чистого тулия). Далее элюат собирают в пробирки порциями по 10 $см^3$, в каждой из которых определяют наличие тулия по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79. Порции элюата, не содержащие тулий, переносят в испаритель и упаривают с последующими порциями элюата. Последующие порции элюата получают, пропуская через колонку 2000 $см^3$ 7 моль/$дм^3$ соляной кислоты. Элюат упаривают в испарителе до объема 15—20 $см^3$ и переносят в стакан вместимостью 50 $см^3$ (концентрат II).

В концентрате I определяют содержание окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия;

в концентрате II — иттербия, лютеция.

Концентрат I делят на две равные части по объему, каждую переносят в стакан вместимостью 50 $см^3$. В один стакан добавляют 0,02 $см^3$ раствора внутреннего стандарта эрбия (1 мг/$см^3$) — концентрат легких РЗЭ, в другой стакан добавляют 0,02 $см^3$ раствора внутреннего стандарта церия (1 мг/$см^3$) — концентрат тяжелых РЗЭ.

Каждый из концентратов подготавливают к спектральному анализу и анализируют по разд. 3, 4 ГОСТ 23862.8—79.

К концентрату II добавляют 20 мг окиси иттрия, нагревают до полного растворения и подготавливают к спектральному анализу по разд. 3 ГОСТ 23862.7—79, а затем анализируют по методике, приведенной в п. 4.8 настоящего стандарта.

Массовую долю окисей лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия (X_{12}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12} = \frac{2m_1}{m} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса определяемой примеси, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

Массовую долю иттербия и лютеция (X_{13}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{13} = \frac{A}{25},$$

где A — массовая доля окисей иттербия, лютеция в полученной окиси иттрия, обогащенной примесями РЗЭ, %.

4.8. Выполнение спектрального анализа

15 мг пробы обогащенной окиси иттрия смешивают с 15 мг порошкового графита, содержащего 4 % двуокиси церия (ОГЦ). Полученную смесь делят на две равные части (по 15 мкг) и помещают с помощью шпателя и металлического стержня в кратеры двух графитовых электродов. По 15 мг каждого из образцов на графитовом порошке (ОГП 10 — ОГП 1) смешивают с 15 мг окиси иттрия,

содержащей 4 % двуокиси церия (ОИЦ). Полученную смесь делят на две равные части (по 15 мг) и помещают в кратеры двух графитовых электродов.

Электрод с анализируемой пробой или образцом сравнения служит анодом, верхний электрод, заточенный на конус — катодом. Между электродами зажигают дугу постоянного тока 10 А. Время экспозиции от 60 до 120 с (до полного испарения материала).

Спектры фотографируют на спектрографе ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм, работающем в первом порядке отражения с трехлинзовой системой освещения. Ширина щели спектрографа 15 мкм. В кассету спектрографа заряжают пластинки типа I.

Спектры каждой пробы и каждого образца сравнения фотографируют на фотопластинке по два раза в области 310—340 нм. Экспонированные фотопластинки проявляют 3 мин, промывают водой, фиксируют, промывают в проточной воде 15 мин и сушат.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой спектрограмме фотометрируют почернения аналитической линии определяемого элемента S_a и линии церия (линии сравнения) S_c (см. табл. 2) и вычисляют разность почернений $\Delta S = S_a - S_c$. По двум параллельным значениям ΔS_1 и ΔS_2, полученным по двум спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднеарифметическое значение $\Delta\overline{S}$. По значениям lg C и $\Delta\overline{S}$ для образца сравнения строят градуировочный график в координатах ($\Delta\overline{S}$, lg C).

Таблица 2

Основа	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Длина волны линии сравнения (церия), нм	Массовая доля определяемых окисей РЗЭ, %
Неодим	Гадолиний	310,05	310,40	$1 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-2}$
		310,05	310,34	$5 \cdot 10^{-2}$—1,0
	Тербий	332,44	332,47	$5 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-2}$
		332,44	333,30	$5 \cdot 10^{-2}$—1,0
	Диспрозий	340,78	340,80	$2 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-2}$
		340,78	340,41	$5 \cdot 10^{-2}$—1,0
	Гольмий	341,65	341,67	$1 \cdot 10^{-2}$—$1 \cdot 10^{-1}$
		317,49	317,69	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Эрбий	326,48	326,56	$1 \cdot 10^{-3}$—$2 \cdot 10^{-2}$
		326,48	325,98	$5 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-2}$
		326,48	326,39	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Тулий	313,13	313,82	$1 \cdot 10^{-3}$—$2 \cdot 10^{-2}$
		313,13	313,67	$1 \cdot 10^{-2}$—$1 \cdot 10^{-1}$
	Иттербий	328,94	328,88	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$
		346,44	346,69	$5 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-1}$
		319,29	319,40	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Лютеций	331,21	331,14	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$
		331,21	331,40	$1 \cdot 10^{-2}$—$1 \cdot 10^{-1}$
		331,21	331,22	$5 \cdot 10^{-2}$—1,0
Гадолиний	Тербий	332,44	332,48	$5 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-2}$
		332,44	332,55	$5 \cdot 10^{-2}$—1,0
	Диспрозий	340,78	340,68	$5 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-1}$
		340,78	340,61	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Гольмий	345,60	345,67	$1 \cdot 10^{-2}$—$1 \cdot 10^{-1}$
		345,60	347,68	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Эрбий	323,06	322,81	$2 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-2}$
		323,06	323,35	$5 \cdot 10^{-2}$—$2 \cdot 10^{-1}$
		323,06	323,42	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Иттербий	328,94	328,87	$1 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-3}$
		328,94	329,02	$2 \cdot 10^{-3}$—$2 \cdot 10^{-2}$
		328,94	328,55	$1 \cdot 10^{-2}$—$1 \cdot 10^{-1}$
	Тулий	313,13	313,83	$1 \cdot 10^{-3}$—$2 \cdot 10^{-2}$
		313,13	312,77	$1 \cdot 10^{-2}$—$2 \cdot 10^{-1}$
		313,13	316,42	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Лютеций	335,96	335,69	$2 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$
		335,96	335,73	$2 \cdot 10^{-2}$—1,0

Продолжение табл. 2

Основа	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Длина волны линии сравнения (церия), нм	Массовая доля определяемых окисей РЗЭ, %
Диспрозий	Гольмий	345,60	346,34	$5 \cdot 10^{-3}$—5b 10^{-2}
		345,60	342,62	$1 \cdot 10^{-2}$—1,0
	Эрбий	323,06	322,81	$2 \cdot 10^{-3}$—2b 10^{-2}
		323,06	322,57	$1 \cdot 10^{-2}$—2b 10^{-1}
		323,06	322,71	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Тулий	336,26	336,88	$2 \cdot 10^{-3}$—1b 10^{-2}
		329,10	329,03	$1 \cdot 10^{-2}$—2b 10^{-2}
		329,10	328,52	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Лютеций	331,21	331,14	$2 \cdot 10^{-3}$—1b 10^{-2}
		331,21	331,15	$2 \cdot 10^{-2}$—2b 10^{-1}
		331,21	331,47	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
Гольмий	Эрбий	323,06	322,35	$2 \cdot 10^{-3}$—2b 10^{-2}
		323,06	323,22	$1 \cdot 10^{-2}$—2b 10^{-1}
		323,06	322,93	$1 \cdot 10^{-2}$—1,0
	Тулий	313,13	312,93	$1 \cdot 10^{-3}$—1b 10^{-2}
		313,13	312,36	$5 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-2}$
		313,13	312,77	$5 \cdot 10^{-2}$—1,0
	Иттербий	328,94	328,88	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$
		328,94	329,50	$5 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-1}$
		347,88	347,90	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Лютеций	331,21	331,35	$2 \cdot 10^{-3}$—5b 10^{-2}
		331,21	330,48	$5 \cdot 10^{-2}$—$5 \cdot 10^{-1}$
		331,21	331,47	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
Эрбий	Тулий	336,26	335,77	$1 \cdot 10^{-3}$—2b 10^{-2}
		336,26	335,64	$1 \cdot 10^{-2}$—$2 \cdot 10^{-1}$
		313,39	313,76	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Иттербий	328,94	329,03	$1 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-3}$
		328,94	329,51	$5 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-1}$
		347,63	347,90	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Лютеций	335,96	335,78	$2 \cdot 10^{-3}$—1b 10^{-2}
		335,96	335,39	$5 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-1}$
		335,96	335,64	$5 \cdot 10^{-2}$—1,0
Тулий	Иттербий	328,94	328,87	$1 \cdot 10^{-3}$—1b 10^{-2}
		346,44	346,48	$1 \cdot 10^{-2}$—$2 \cdot 10^{-1}$
		319,29	319,34	$1 \cdot 10^{-1}$—1,0
	Лютеций	331,21	331,14	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$
		331,21	331,15	$1 \cdot 10^{-2}$—$1 \cdot 10^{-1}$
		325,43	325,77	$5 \cdot 10^{-2}$—1,0

Содержание определяемой примеси находят по градуировочному графику по усредненному значению $\Delta S_{ср}$ для пробы.

Расхождения результатов двух анализов (отношение бóльшего результата к мéньшему) не должны превышать значения допускаемого расхождения, равного 2,1.

5.2. При контроле воспроизводимости параллельных определений по двум параллельным значениям ΔS_1 и ΔS_2, полученным по двум спектрограммам, снятым для каждой пробы, по градуировочному графику находят значения C_1 и C_2 — результаты каждого из параллельных определений примесей в пробе. Отношение бóльшего из этих результатов к мéньшему не должно превышать 1,5.

gost.e-ecolog.ru