Группа В59

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ЛАНТАН, ЦЕРИЙ, ЕВРОПИЙ, ГАДОЛИНИЙ, ЛЮТЕЦИЙ, ИТТРИЙ И ИХ ОКИСИ

Спектральный метод определения ванадия, железа, кальция, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, никеля, свинца, титана, хрома, цинка и циркония

Lanthanum, cerium, europium, gadolinium, lutecium, yttrium and their oxides. Spectral method of determination of vanadium, iron, calcium, cobalt, silicon, magnesium, manganese, copper, nickel, lead, titanium, chromium, zinc and zirconium

ГОСТ 23862.5—79

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 спектральный метод определения примесей ванадия, железа, кальция, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, никеля, свинца, титана, хрома, цинка и циркония в лантане, церии, европии, гадолинии, лютеции, иттрии (предварительно переведенных в окиси) и их окисях.

Метод основан на возбуждении и фотографической регистрации дуговых эмиссионных спектров анализируемых материалов и образцов сравнения с последующим определением массовых долей примесей по градуировочному графику.

Интервалы определяемых массовых долей примесей:

в окиси лантана:

ванадия от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $5к\,10^{-4}$ %
железа от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-3}$ %
кобальта от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $5к\,10^{-4}$ %
марганца от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $5к\,10^{-4}$ %
меди от $1 \cdot 10^{-5}$ % до $1к\,10^{-4}$ %
никеля от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $5к\,10^{-4}$ %
титана от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $5к\,10^{-4}$ %
хрома от $1 \cdot 10^{-5}$ % до $1к\,10^{-4}$ %

в двуокиси церия:

ванадия от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $5к\,10^{-3}$ %
железа от $3 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-3}$ %
кобальта от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $1к\,10^{-3}$ %
марганца от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $1к\,10^{-3}$ %
меди от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $1к\,10^{-3}$ %
никеля от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-3}$ %
титана от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $1к\,10^{-3}$ %
хрома от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $2к\,10^{-4}$ %

в окиси европия:

железа от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
кобальта от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
кремния от $5 \cdot 10^{-3}$ % до $5к\,10^{-2}$ %
марганца от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $2к\,10^{-3}$ %

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., мае 1990 г. (ИУС 7—85, 8—90).

gost.e-ecolog.ru

меди от $5 \cdot 10^{-4}$ % до 2к 10^{-3} %
никеля от $5 \cdot 10^{-4}$ % до 2к 10^{-3} %
хрома от $1 \cdot 10^{-3}$ % до 1к 10^{-2} %
цинка от $5 \cdot 10^{-3}$ % до 5к 10^{-2} %

в окиси гадолиния (при массовой доле в пробе натрия, калия и железа не более 0,2 % каждого):

кальция от $3 \cdot 10^{-4}$ % до 1к 10^{-3} %

в окиси лютеция:

кобальта от $5 \cdot 10^{-4}$ % до 5к 10^{-3} %
марганца от $5 \cdot 10^{-4}$ % до 5к 10^{-3} %
меди от $5 \cdot 10^{-4}$ % до 5к 10^{-3} %
никеля от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $5 \cdot 10^{-3}$ %
титана от $5 \cdot 10^{-4}$ % до 5к 10^{-3} %
хрома от $5 \cdot 10^{-4}$ % до 5к 10^{-3} %

в окиси иттрия:

кальция от $1 \cdot 10^{-4}$ % до 1к 10^{-3} %
кобальта от $5 \cdot 10^{-6}$ % до 1к 10^{-4} %
магния от $5 \cdot 10^{-4}$ % до 5к 10^{-3} %
свинца от $5 \cdot 10^{-4}$ % до 5к 10^{-3} %
циркония от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $1 \cdot 10^{-2}$ %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм, работающий в первом порядке отражения с трехлинзовой системой освещения или аналогичный.

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

Выпрямитель 250—300 В, 30—50 А.

Микрофотометр нерегистрирующий типа МФ-2 или аналогичный.

Спектропроектор ПС-18 или аналогичный.

Весы торсионные типа ВТ-500 или аналогичные.

Бокс из органического стекла.

Ступки и пестики из органического стекла.

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

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

Плитка электрическая.

Лампа инфракрасная З-С-1.

Станок для заточки электродов.

Угли спектральные ОСЧ-7—3, диаметром 6 мм.

Электроды, выточенные из углей спектральных ОСЧ-7—3, диаметром 6 мм:

- типа «рюмка» с ножкой диаметром — 2 мм, высотой 2 мм, с кратером: диаметром — 4 мм, глубиной 3 мм, высотой наружной стенки — 4 мм (I); глубиной 5 мм, высотой наружной стенки 6 мм (II); глубиной 4 мм, толщиной стенки 1 мм (III); диаметром 4,5 мм, глубиной 6 мм, толщиной стенки 1 мм (IV);
- с кратером диаметром 4 мм:

глубиной 4 мм, толщиной стенок 1 мм (V);

глубиной 7 мм, толщиной стенок 0,5—0,7 мм, высотой заточенной части 10 мм (VI);

- с кратером диаметром 2 мм:

глубиной 5 мм, толщиной стенок 0,5—0,7 мм, высотой заточенной части 8 мм (VII);

глубиной 5 мм, толщиной стенок 1 мм (VIII);

глубиной 3 мм, толщиной стенок 1 мм (IX);

- заточенные на усеченный конус с углом при вершине 15° и с площадкой 1,5 мм (X).

Очистке обжигом в дуге постоянного тока при 15 А в течение 15 с подвергают каждую пару электродов непосредственно перед анализом.

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463—79.

Фотопластинки спектрографические типа II или аналогичные размером 9·24 или 9·12, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий и фона в спектре.

Чашки кварцевые вместимостью 200 $см^3$.

Чашки платиновые.

Тигли платиновые.

Кислота щавелевая ос.ч. 3—4, насыщенный раствор.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, разбавленная 1 : 1 и 1 %-ная.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., разбавленная 1 : 1 и 1 %-ная.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, дважды перегнанный в кварцевом приборе.

Натрий хлористый ос.ч. 6—4.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Кальция окись по ГОСТ 8677—76, ч. д. а.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73, ч. д. а.

Магния окись по ГОСТ 4526—75.

Свинец.

Цинк по ГОСТ 3640—94.

Циркония двуокись, х. ч.

Сера, ч. д. а.

Серебро хлористое, х. ч.

Ванадий.

Железо карбонильное радиотехническое марки ПС по ГОСТ 13610—79.

Кобальт марки К-1 или более высокой по ГОСТ 123—98.

Марганец металлический марки Мр0 или Мр00 по ГОСТ 6008—90.

Медь марки М3 или более высокой по ГОСТ 859—2001.

Никель марки Н-2 или более высокой по ГОСТ 849—97.

Титан.

Хром марки Х00 по ГОСТ 5905—79.

Галлий марки ГЛ-1 по ГОСТ 12797—77.

Окиси лантана, церия, европия, гадолиния, лютеция, иттрия, чистые по определяемым примесям.

Растворы запасные, содержащие по 1 мг/$см^3$ ванадия, железа, кальция, кобальта, магния, марганца, меди, никеля, свинца и цинка: 100 мг одного из металлов помещают в стакан и растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Растворы запасные, содержащие по 1 мг/$см^3$ титана и хрома: 100 мг соответствующего металла растворяют в 20 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор Л, содержащий по 0,1 мг/$см^3$ соответствующих металлов, готовят перед употреблением: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отмеряют пипеткой по 10 $см^3$ каждого из запасных растворов ванадия, железа, кальция, кобальта, магния, марганца, меди, никеля, свинца и цинка, доводят до метки 1 %-ным раствором азотной кислоты и перемешивают.

Раствор Л1, содержащий по 0,01 мг/$см^3$ ванадия, железа, кальция, кобальта, магния, марганца, меди, никеля, свинца и цинка, готовят перед употреблением разбавлением раствора Л в 10 раз 1 %-ным раствором азотной кислоты.

Раствор ЦЕ, содержащий по 0,1 мг/$см^3$ соответствующих металлов, готовят перед употреблением: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отмеряют пипеткой по 10 $см^3$ каждого из запасных растворов железа, кальция, кобальта, магния, марганца, меди, никеля, свинца и цинка, доводят до метки 1 %-ным раствором азотной кислоты и перемешивают.

Раствор Ц1, содержащий по 0,01 мг/см^3 железа, кальция, кобальта, магния, марганца, меди, никеля, свинца и цинка, готовят перед употреблением разбавлением раствора ЦЕ в 10 раз 1 %-ным раствором азотной кислоты.

Раствор запасной, содержащий 1 мг/см^3 кремния: 214 мг двуокиси кремния помещают в платиновый тигель, добавляют 3 г углекислого натрия и сплавляют в муфельной печи при температуре 1200 °С. После охлаждения тигель помещают в платиновую чашку (предварительно обмыв дно тигля), добавляют 50—60 см^3 воды, нагревают до полного растворения, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки, быстро перемешивают и переливают в полиэтиленовую банку.

Раствор ЛЮ, содержащий по 0,1 мг/см^3 кобальта, марганца, меди и никеля, готовят перед употреблением: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вводят пипеткой по 10 см^3 запасных растворов указанных металлов, доводят до метки 1 %-ным раствором азотной кислоты и перемешивают.

Раствор Е, содержащий по 0,1 мг/см^3 железа и меди, готовят перед употреблением: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вводят пипеткой по 10 см^3 запасных растворов указанных металлов, доводят до метки раствором азотной кислоты с массовой долей 1 % и перемешивают.

Раствор И, содержащий по 0,1 мг/см^3 магния и свинца, готовят перед употреблением: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вводят пипеткой по 10 см^3 запасных растворов указанных металлов, доводят до метки раствором азотной кислоты с массовой долей 1 % и перемешивают.

Раствор В, содержащий 0,1 мг/см^3 ванадия, готовят перед употреблением разбавлением запасного раствора ванадия в 10 раз 1 %-ным раствором азотной кислоты.

Раствор $В_1$, содержащий 0,01 мг/см^3 ванадия, готовят перед употреблением разбавлением раствора В в 10 раз 1 %-ным раствором азотной кислоты.

Раствор М, содержащий 0,1 мг/см^3 меди, готовят перед употреблением разбавлением запасного раствора меди в 10 раз 1 %-ным раствором азотной кислоты.

Раствор $М_1$, содержащий 0,01 мг/см^3 меди, готовят перед употреблением разбавлением раствора М в 10 раз 1 %-ным раствором азотной кислоты.

Раствор $М_2$, содержащий 0,001 мг/см^3 меди, готовят перед употреблением разбавлением раствора $М_1$ в 10 раз 1 %-ным раствором азотной кислоты.

Раствор Т, содержащий 0,1 мг/см^3 титана, готовят перед употреблением разбавлением запасного раствора титана в 10 раз 1 %-ным раствором серной кислоты.

Раствор $Т_1$, содержащий 0,01 мг/см^3 титана, готовят перед употреблением разбавлением раствора Т в 10 раз 1 %-ным раствором серной кислоты.

Раствор Х, содержащий 0,1 мг/см^3 хрома, готовят перед употреблением разбавлением запасного раствора хрома в 10 раз 1%-ным раствором серной кислоты.

Раствор $Х_1$, содержащий 0,01 мг/см^3 хрома, готовят перед употреблением разбавлением раствора Х в 10 раз 1%-ным раствором серной кислоты.

Раствор $Х_2$, содержащий 0,001 мг/см^3 хрома, готовят перед употреблением разбавлением раствора $Х_1$ в 10 раз 1%-ным раствором серной кислоты.

Раствор Ка, содержащий 0,1 мг/см^3 Са, готовят перед употреблением разбавлением запасного раствора в 10 раз раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

Раствор Ка1, содержащий 0,01 мг/см^3 Са, готовят перед употреблением разбавлением раствора Ка в 10 раз раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

Раствор Ко, содержащий 0,1 мг/см^3 Со, готовят перед употреблением разбавлением запасного раствора Со в 10 раз раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

Раствор Ко1, содержащий 0,01 мг/см^3 Со, готовят перед употреблением разбавлением раствора Ко в 10 раз раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

Раствор Ко2, содержащий 0,001 мг/см^3 Со, готовят перед употреблением разбавлением раствора Ко1 в 10 раз раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

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

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление буферной смеси

3.1.1. При определении в окиси лантана примесей ванадия, железа, кобальта, марганца, меди, никеля, титана и хрома буферную смесь, представляющую собой порошковый графит, содержа-

щий 2 % окиси галлия, готовят следующим образом. В стакан вместимостью 100 см^3 помещают 1,5 г металлического галлия, приливают 80 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают на плитке до полного растворения и упаривают до объема 15—20 см^3.

В кварцевую чашку помещают 98 г порошкового графита, приливают полученный раствор галлия, добавляют воду до кашицеобразного состояния, перемешивают и высушивают под инфракрасной лампой в течение 5—6 ч. Полученную смесь помещают в ступку из органического стекла и пестиком перемешивают в течение 4 ч, периодически добавляя спирт, поддерживая смесь в кашицеобразном состоянии. Смесь переносят в кварцевую чашку и сушат в сушильном шкафу при 90—100 °С в течение 2—3 ч. Высушенную смесь перемешивают в ступке в течение 30 мин.

3.1.2. При определении в двуокиси церия примесей железа, кобальта, марганца, меди и никеля буферную смесь, представляющую собой порошковый графит, содержащий 10 % хлористого натрия, готовят перетиранием 90 г порошкового графита с 10 г хлористого натрия в ступке из органического стекла в течение 1 ч.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.1.3. При определении в окиси европия примесей кремния, железа, меди и цинка буферную смесь, представляющую собой порошковый графит, содержащий 2 % серы, готовят перетиранием 98 г порошкового графита с 2 г серы в ступке из органического стекла в течение 1,5—2 ч.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.2. Приготовление образцов сравнения (ОС)

3.2.1. Для определения в окиси лантана примесей ванадия, железа, кобальта, марганца, меди, никеля, титана и хрома каждый образец сравнения (ОСОЛ) готовят следующим образом: 30 г основы — окиси лантана, чистой по определяемым примесям, помещают в кварцевую чашку, смачивают водой, добавляют 80 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, растворяют при нагревании на плитке, вводят рассчитанные количества соответствующих растворов (см. табл. 1), упаривают до влажных солей, дважды обрабатывают дистиллированной водой, упаривают досуха, нагревают до полного удаления окислов азота и прокаливают в муфельной печи при 900—950 °С в течение 2 ч.

Затем каждый ОС растирают в ступке из органического стекла в течение 1 ч, периодически добавляя спирт, поддерживая смесь в кашицеобразном состоянии. Сушат под инфракрасной лампой и прокаливают в муфельной печи при 900—950 °С в течение 30—40 мин. Содержание каждой из определяемых примесей в ОСОЛ1—ОСОЛ5 и количество растворов, вводимых в основу, указаны в табл. 1.

Таблица 1

Обозначение образца сравнения на основе окиси лантана	Массовая доля, %		Количество добавляемых растворов, см^3							
	ванадия, железа, кобальта, марганца, титана, никеля	меди, хрома	Л	$Л_1$	$М_1$	$М_2$	$Х_1$	$Х_2$	Т	$Т_1$
ОСОЛ1	$1 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-4}$	3	—	6	—	6	—	3	—
ОСОЛ2	$5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	1,5	—	3	—	3	—	1,5	—
ОСОЛ3	$2 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$	—	6	1,5	—	1,5	—	—	6
ОСОЛ4	$1 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-5}$	—	3	—	6	—	6	—	3
ОСОЛ5	$5 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$	—	1,5	—	3	—	3	—	1,5

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.2. Для определения в двуокиси церия примесей железа, кобальта, марганца, меди, никеля и хрома каждый образец сравнения (ОСОЦ) готовят следующим образом: 30 г основы — двуокиси церия, чистой по определяемым примесям, помещают в стакан вместимостью 600 см^3, смачивают водой, добавляют 200 см^3 азотной кислоты (1 : 1), растворяют при нагревании на плитке, добавляя постепенно 120 см^3 пергидроля, переводят в платиновую чашку и вводят рассчитанное количество соответствующих растворов (см. табл. 2).

Далее поступают как указано в п. 3.2.1.

Таблица 2

Обозначение образца сравнения на основе двуокиси церия	Массовая доля каждой определяемой примеси, %	Количество добавляемых растворов, $см^3$			
		ЦЕ	$Ц_1$	Х	$Х_1$
ОСОЦ1	$1 \cdot 10^{-3}$	3	—	3	—
ОСОЦ2	$5 \cdot 10^{-4}$	1,5	—	1,5	—
ОСОЦ3	$2 \cdot 10^{-4}$	—	6	—	6
ОСОЦ4	$1 \cdot 10^{-4}$	—	3	—	3
ОСОЦ5	$5 \cdot 10^{-5}$	—	1,5	—	1,5

3.2.3. Для определения в двуокиси церия примесей ванадия и титана каждый образец сравнения ($ООСЦ_{вт}$) готовят следующим образом: 20 г основы — двуокиси церия, чистой по ванадию и титану, помещают в стакан вместимостью 600 $см^3$. Далее поступают, как указано в п. 3.2.2, используя 150 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, 80 $см^3$ пергидроля, а также растворы, указанные в табл. 3.

Таблица 3

Обозначение образца	Массовая доля, %		Количество добавляемых растворов, $см^3$			
	ванадия	титана	В	$В_1$	Т	$Т_1$
$ОСОЦ_{вт}1$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$	10	—	2	—
$ОСОЦ_{вт}2$	$2 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	4	—	1	—
$ОСОЦ_{вт}3$	$1 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-4}$	2	—	—	4
$ОСОЦ_{вт}4$	$5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$	1	—	—	2
$ОСОЦ_{вт}5$	$2 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$	—	4	—	1

3.2.4. Для определения в окиси европия примесей железа, кобальта, марганца, меди, никеля и хрома каждый образец сравнения (ОСОЕ) готовят следующим образом: 20 г окиси европия помещают в платиновую чашку, смачивают водой, добавляют 60 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, растворяют при нагревании на плитке, вводят рассчитанное количество соответствующих растворов (см. табл. 4), далее поступают, как указано в п. 3.2.1. Содержание каждой из определяемых примесей в ОСОЕ1—ОСОЕ5 и количество растворов, вводимых в основу, указано в табл. 4.

Таблица 4

Обозначение образца на основе европия	Массовая доля каждой определяемой примеси, %	Количество добавляемых растворов ЦЕ и Х, $см^3$
ОСОЕ1	$1 \cdot 10^{-2}$	20
ОСОЕ2	$5 \cdot 10^{-3}$	10
ОСОЕ3	$2 \cdot 10^{-3}$	4
ОСОЕ4	$1 \cdot 10^{-3}$	2
ОСОЕ5	$5 \cdot 10^{-4}$	1

3.2.4.1. Для определения в окиси европия примесей кремния, железа, меди и цинка каждый образец сравнения (ОСОЕ) готовят следующим образом: 20 г окиси европия помещают в платиновую чашку, далее поступают, как указано в п. 3.2.4. Содержание каждой из указанных примесей в ОСОЕ6 — ОСОЕ10 и количество растворов, вводимых в основу, указано в табл. 4а.

Таблица 4а

Обозначение образца на основе европия	Массовая доля, %		Количество добавляемых растворов, $см^3$	
	железа, меди	кремния, цинка	Е	запасных цинка и кремния
ОСОЕ6	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-1}$	20	20
ОСОЕ7	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-2}$	10	10
ОСОЕ8	$2 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	4	4
ОСОЕ9	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	2	2
ОСОЕ10	$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	1	1

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

3.2.5. Перетирание в ступке и высушивание под инфракрасной лампой ведут в боксе из органического стекла. Готовые образцы сравнения хранят в плотно закрытых банках из органического стекла.

Массовые доли каждой из определяемых примесей, указанных в табл. 1—4, даны в расчете на массовую долю соответствующего металла в смеси металлов и соответствующей основы — окиси РЗЭ.

3.2.6. Допускается приготовление образцов сравнения смешиванием окисей определяемых элементов с соответствующей основой (окисью РЗЭ) или по ГОСТ 23862.4—79 пп. 3.1, 3.2 при сохранении значений массовых долей определяемых элементов, приведенных в табл. 1—4.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.2.7. Для определения кальция в окисях гадолиния и иттрия каждый образец сравнения готовят следующим образом: 10 г основы помещают в кварцевую чашку, смачивают водой, добавляют 60—70 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании на плитке, вводят рассчитанные количества соответствующих растворов (табл. 4б), далее поступают, как указано в п. 3.2.1.

Таблица 4б

Обозначение образца сравнения	Основа	Массовая доля кальция, %	Количество добавляемых растворов, $см^3$	
			Ка	Ка1
ОСОКаГ1	Окись гадолиния	$3 \cdot 10^{-3}$	3	—
ОСОКаГ2	Окись гадолиния	$1 \cdot 10^{-3}$	—	—
ОСОКаИ2	Окись иттрия	$1 \cdot 10^{-3}$	1	—
ОСОКаГ3	Окись гадолиния	$5 \cdot 10^{-4}$	—	5
ОСОКаИ3	Окись иттрия			
ОСОКаГ4	Окись гадолиния	$3 \cdot 10^{-4}$	—	3
ОСОКаИ5	Окись иттрия	$2 \cdot 10^{-4}$	—	2
ОСОКаИ6	Окись иттрия	$1 \cdot 10^{-4}$	—	1

3.2.8. Для определения в окиси лютеция примесей кобальта, марганца, меди, никеля, титана и хрома каждый образец сравнения (ОСОЛю) готовят следующим образом: 20 г окиси лютеция помещают в кварцевую чашку, смачивают водой, растворяют в 80—90 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, вводят рассчитанные количества соответствующих растворов, далее поступают, как указано в п. 3.2.1. Массовую долю каждой из определяемых примесей в ОСОЛю1 — ОСОЛю4 и количество растворов, вводимых в основу, указано в табл. 4в.

Таблица 4в

Обозначение образца на основе лютеция	Массовая доля каждой определяемой примеси, %	Количество добавляемых растворов ЛЮ, Т и Х, $см^3$
ОСОЛю1	$5 \cdot 10^{-3}$	10
ОСОЛю2	$2 \cdot 10^{-3}$	4
ОСОЛю3	$1 \cdot 10^{-3}$	2
ОСОЛю4	$5 \cdot 10^{-4}$	1

3.2.9. Для определения в окиси иттрия примесей магния и свинца каждый образец сравнения (ОСОИ) готовят следующим образом: 20 г окиси иттрия помещают в кварцевую чашку, смачивают водой, добавляют 70—90 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании на плитке, вводят рассчитанное количество соответствующего раствора, далее поступают, как указано в п. 3.2.1. Содержание магния и свинца в ОСОИ1 — ОСОИ4 и количество раствора, вводимого в основу, указано в табл. 4г.

Таблица 4г

Обозначение образца	Массовая доля магния и свинца, %	Количество добавляемого раствора И, $см^3$
ОСОИ1	$5 \cdot 10^{-3}$	10
ОСОИ2	$2 \cdot 10^{-3}$	4
ОСОИ3	$1 \cdot 10^{-3}$	2
ОСОИ4	$5 \cdot 10^{-4}$	1

3.2.10. Для определения в окиси иттрия примеси кобальта каждый образец сравнения (ОСОИКо) готовят следующим образом: 20 г окиси иттрия помещают в кварцевую чашку, смачивают водой, добавляют 70—90 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, растворяют при нагревании на плитке, вводят рассчитанное количество соответствующего раствора кобальта, далее поступают, как указано в п. 3.2.1. Содержание кобальта в ОСОИКо1 — ОСОИКо5 и количество растворов, вводимых в основу, приведены в табл. 4д.

Таблица 4д

Обозначение образца сравнения	Массовая доля кобальта, %	Количество добавляемых растворов, $см^3$	
		Ко1	Ко2
ОСОИКо1	$1 \cdot 10^{-4}$	2	—
ОСОИКо2	$5 \cdot 10^{-5}$	1	—
ОСОИКо3	$2 \cdot 10^{-5}$	—	4
ОСОИКо4	$1 \cdot 10^{-5}$	—	2
ОСОИКо5	$5 \cdot 10^{-6}$	—	1

3.2.11. Для определения в окиси иттрия примеси циркония образцы сравнения готовят смешиванием окиси иттрия с двуокисью циркония. Головной образец сравнения (ГОСОИЦ), содержащий 10 % циркония, готовят смешиванием 135 мг двуокиси циркония с 865 мг окиси иттрия в ступке из органического стекла. Смесь тщательно перетирают в течение 1 ч, добавляя спирт для поддержания кашицеобразного состояния массы, высушивают в сушильном шкафу при 100—110 °С в течение 1 ч, затем прокаливают в муфельной печи при 850—900 °С в течение 1 ч. Остальные образцы сравнения готовят последовательным разбавлением ГОСОИЦ, а затем каждого последующего образца окисью иттрия. Массовая доля циркония в образцах сравнения и навески окиси иттрия и предыдущего образца приведены в табл. 4е.

Таблица 4е

Обозначение образца	Массовая доля циркония, %	Масса навесок, г	
		окиси иттрия	предыдущего образца (в скобках указано его обозначение)
ОСОИЦ1	1,0	0,900	0,100 (ГОСОИЦ)
ОСОИЦ2	$1 \cdot 10^{-1}$	4,500	0,500 (ОСОИЦ1)
ОСОИЦ3	$1 \cdot 10^{-2}$	16,200	1,800 (ОСОИЦ2)
ОСОИЦ4	$5 \cdot 10^{-3}$	8,000	8,000 (ОСОИЦ3)
ОСОИЦ5	$2 \cdot 10^{-3}$	10,800	7,200 (ОСОИЦ4)
ОСОИЦ6	$1 \cdot 10^{-3}$	9,000	9,000 (ОСОИЦ5)
ОСОИЦ7	$5 \cdot 10^{-4}$	9,000	9,000 (ОСОИЦ6)

3.2.7—3.2.11. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Металлы переводят в окиси по ГОСТ 23862.0—79.

4.1. Заполнение электродов при анализе окиси лантана

Навеску анализируемой пробы (образца сравнения или основы) массой 300 мг смешивают со 150 мг порошкового графита в ступке из органического стекла до получения однородной смеси. Полученную смесь высыпают на лист кальки и многократным погружением в нее электродов I заполняют плотно доверху кратеры пяти электродов. Таким же способом кратеры пяти электродов IV заполняют буферной смесью (п. 3.1.1).

4.2. Заполнение электродов при анализе двуокиси церия

4.2.1. При определении примесей железа, кобальта, марганца, меди и никеля в кратеры пяти электродов II последовательно помещают по 2 мг хлористого серебра и по 50 мг пробы (образца сравнения или основы). Электроды V заполняют буферной смесью (по п. 3.1.2) способом, изложенным в п. 4.1.

4.2.2. При определении примесей ванадия и титана 750 мг пробы (образца сравнения или основы) смешивают со 150 мг порошкового графита. Кратеры пяти электродов II заполняют полученной смесью (п. 4.1).

4.3. Заполнение электродов при анализе окиси европия

4.3.1. При определении примесей железа, кобальта, марганца, меди, никеля и хрома навеску анализируемой пробы (образца сравнения, основы) массой 200 мг смешивают с 200 мг порошкового графита.

4.3.2. При определении примесей кремния, железа, меди и цинка навеску анализируемой пробы (образца сравнения или основы) массой 200 мг смешивают с 200 мг буферной смеси (п. 3.1.3).

4.3.3. Полученной смесью заполняют кратеры трех электродов III и кратеры трех электродов VII (п. 4.1).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3а. Заполнение электродов при определении кальция в окисях гадолиния и иттрия

Навеску анализируемой пробы (образца сравнения или основы) массой 150 мг смешивают со 150 мг порошкового графита. Кратеры шести электродов VIII заполняют полученной смесью (п. 4.1).

4.3б. Заполнение электродов при анализе окиси лютеция

Навеску анализируемой пробы (образца сравнения или основы) массой 50 мг смешивают с 50 мг порошкового графита. Полученной смесью заполняют кратеры трех электродов IX (п. 4.1).

4.3в. Заполнение электродов при анализе окиси иттрия

4.3в.1. При определении примесей магния и свинца навеску анализируемой пробы (образца сравнения или основы) массой 100 мг смешивают со 100 мг порошкового графита. Полученной смесью заполняют кратеры трех электродов VIII. Буферной смесью (п. 3.1.2) заполняют кратеры таких же трех электродов VIII (п. 4.1).

4.3в.2. При определении примеси кобальта в кратеры пяти электродов IV последовательно помещают по 8 мг хлористого натрия и по 30 мг анализируемой пробы (образца сравнения или основы) и осторожно уплотняют набивалкой из органического стекла. Кратеры пяти электродов VIII заполняют (п. 4.1) буферной смесью (п. 3.1.1).

4.3в.3. При определении примеси циркония навеску анализируемой пробы (образца сравнения или основы) массой 160 мг смешивают с 80 мг порошкового графита. Кратеры трех электродов V заполняют полученной смесью (п. 4.1).

4.3а — 4.3в.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4.4. Возбуждение и фотографирование спектров

Возбуждение спектров осуществляется дуговым разрядом между угольными электродами. Спектры фотографируют спектрографом ДФС-13 с дифракционной решеткой, работающей в первом порядке отражения, с трехлинзовой системой освещения. Условия возбуждения и фотографирования спектров указаны в табл. 5. Используются фотопластинки типа II. Экспонированные фотопластинки проявляют, промывают в проточной воде, фиксируют, промывают в проточной воде 15 мин и сушат.

Таблица 5

Основа	Примеси	Электроды		Решетка штр/мм	Ширина щели спектрографа, мкм	Область длин волн, нм	Ток	Сила тока, А	Межэлектродный промежуток, мм	Зажигание дуги	Время экспозиции, с
		нижний	верхний								
Окись лантана	Ванадий, железо, кобальт, марганец, никель, медь, хром	I (анод)	V (катод)	1200	20	275,0—320,0	Постоянный	15—16	4	Разведением сомкнутых электродов	60
Двуокись церия	Железо, кобальт, марганец, медь, никель, хром	II (анод)	VII (катод)	1200	23	275,0—320,0	Постоянный	20—21	4	—	30
	Ванадий, титан	II (анод)	V (катод)	2400	23	300,0—320,0	Постоянный	18	3	Предварительное обыскривание 20 с	20+100
Окись европия	Железо, кобальт, медь, марганец, никель, хром	III	V	1200	15	275,0—320,0	Переменный	10	1,5	Разведением сомкнутых электродов	120
	Кремний, железо, медь, цинк	III	V	1200	15	285,0—335,0	Переменный	12	1,2		45
Окиси гадолиния, иттрия	Кальций	VIII	VIII	1200	15	390,0—425,0	Переменный	12	2	Предварительное обыскривание 10 с	10+20
Окись лютеция	Кобальт, марганец, медь, никель, титан, хром	IX (анод)	X (катод)	600	15	250,0—330,0	Постоянный	12	4	—	60
Окись иттрия	Магний, свинец	VIII (анод)	VIII (катод)	1200	20	250,0—300,0	Постоянный	15	2	—	60
	Кобальт	IV	VIII	1200	10—12	340,0—350,0	Постоянный	18—19	2	—	15
	Цирконий	V (анод)	X (катод)	1200	15	330,0—350,0	Постоянный	17—18	2	Предварительное обыскривание 20 с	20—100

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой спектрограмме фотометрируют почернения аналитических линий определяемых элементов $S_л$ (табл. 6) и близлежащего фона $S_ф$ и вычисляют разность почернений $\Delta S = S_л - S_ф$. По всем параллельным значениям ΔS, полученным по спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднеарифметическое значение $\Delta\overline{S}$.

Таблица 6

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Анализируемый материал
Ванадий	305,633	Окись церия
	318,540	Окись лантана
Железо	296,690	Окись лантана
	302,064	Окись церия
	302,107	Окись европия
Кальций	393,3	Окись иттрия
	396,8	Окиси гадолиния и иттрия
	422,6	Окись гадолиния
Кобальт	304,401	Окиси лантана, церия, европия и лютеция
	345,350	Окиси церия и иттрия
Кремний	288,16	Окись европия
Магний	279,5	Окись иттрия
Марганец	279,487	Окись церия
	280,108	Окиси лантана, церия и лютеция
	293,930	Окись европия
Медь	324,754	Окиси лантана, церия, европия и лютеция
	327,396	Окиси церия и европия
Никель	300,249	Окиси лантана и европия
	305,062	Окиси церия и лютеция
Титан	308,803	Окись церия
	323,452	Окиси лантана и лютеция
Хром	302,157	Окиси лантана, церия и европия
	302,067	Окись лютеция
Цинк	334,55	Окись европия
Цирконий	339,1	Окись иттрия

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2. Если аналитическая линия определяемого элемента в спектрах основы образцов сравнения отсутствует, то, используя значения lg C и ΔS для образцов сравнения, строят градуировочный график в координатах $\left(\lg C, \Delta\overline{S}\right)$. По этим графикам по значениям ΔS для пробы определяют содержание примеси в пробе.

Расхождения результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 7.

5.3. Если в спектрах основы образцов сравнения имеется слабая линия определяемого элемента, то при построении градуировочного графика вносят поправку на значение массовой доли определяемого элемента в основе образцов сравнения. Внесение поправки допустимо лишь при условии, что это значение не превышает установленного для метода нижнего предела определения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4. При контроле воспроизводимости параллельных определений из всех значений аналитических параметров, полученных по всем спектрограммам пробы, выбирают наибольшее и наименьшее значение $\Delta S_б$ и $\Delta S_м$ и находят по градуировочному графику значения $C_б$ и $C_м$ — наибольший и наименьший результаты параллельных определений примесей в пробе. Расхождения между ними (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 7.

Таблица 7

Основа	Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение
Окись лантана	Ванадий	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$	2,8 1,7 1,7
	Железо	$1 \cdot 10^{-4}$ $3 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	3,0 1,9 1,8
	Кобальт	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$	2,7 1,8 1,8
	Марганец	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$	2,9 1,8 1,8
	Медь	$1 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$	3,2 2,7 2,7
	Никель	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$	2,6 1,9 1,8
	Титан	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$	2,5 1,9 1,8
	Хром	$1 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$	3,1 2,7 2,7
Двуокись церия	Ванадий	$5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,4 1,8 1,6
	Железо	$3 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	3,0 2,8
	Кобальт	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	2,5 2,4 2,4
	Марганец	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	3,7 3,0 2,4
	Медь	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	3,2 3,0 3,0
	Никель	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	2,6 2,4 2,4
	Титан	$5 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	2,8 2,0 1,8
Двуокись церия	Хром	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $2 \cdot 10^{-4}$	3,1 2,7 2,7
Окись европия	Железо	$1 \cdot 10^{-3}$ $5 \cdot 10^{-3}$ $1 \cdot 10^{-2}$	3,4 2,7 2,5
	Кобальт	$5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $1 \cdot 10^{-2}$	2,8 2,5 1,8
	Марганец	$5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $2 \cdot 10^{-3}$	3,1 2,5 2,3
	Медь	$5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $2 \cdot 10^{-3}$	2,9 2,3 2,0
	Кремний	$5 \cdot 10^{-3}$ $2 \cdot 10^{-2}$ $5 \cdot 10^{-2}$	3,0 2,0 2,0
	Цинк	$5 \cdot 10^{-3}$ $2 \cdot 10^{-2}$ $5 \cdot 10^{-2}$	3,0 2,0 2,0
Окись гадолиния и иттрия	Кальций	$1 \cdot 10^{-4}$ $3 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $3 \cdot 10^{-3}$	3,0 3,0 2,0 2,0
Окись лютеция	Кобальт	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0
	Марганец	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0
	Медь	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0
	Никель	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0
	Хром	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0
	Кобальт	$5 \cdot 10^{-6}$ $1 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$	3,0 2,0 2,0
	Магний	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0
	Свинец	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0
	Цирконий	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.5. При контроле точности с использованием ГСО 2820—83 поступают следующим образом.

5.5.1. При анализе окиси лантана навеску ГСО массой 150 мг смешивают с 300 мг основы, далее проводят анализ, как указано в пп. 4.1, 4.4, 5.1—5.4. Результат анализа ($C_{ан}$) считают правильным, если отношение значений $C_{ан}$ и $\frac{1}{2} C_{ат}$ (вычисляют отношение большего значения к меньшему) удовлетворяет условию п. 18 ГОСТ 23862.0—79.

5.5.2. При определении ванадия и титана в окиси церия навеску ГСО массой 150 мг смешивают с 750 мг основы, далее проводят анализ как указано в пп. 4.2.2, 4.4, 5.1—5.4. Результат анализа ($C_{ан}$) считают правильным, если отношение значений $C_{ан}$ и $\frac{1}{5} C_{ат}$ (вычисляют отношение большего значения к меньшему) удовлетворяет условию п. 18 ГОСТ 23862.0—79.

5.5.3. При определении железа, кобальта, марганца, меди, никеля и хрома в окиси европия навеску ГСО массой 200 мг смешивают с 200 мг основы. При определении кремния, железа, меди и цинка в окиси европия навеску ГСО массой 198 мг смешивают с 2 мг серы и 200 мг основы. Далее проводят анализ, как указано в пп. 4.3.3, 4.7, 5.1—5.4.

Результат анализа ($C_{ан}$) считают правильным, если отношение значений $C_{ан}$ и $C_{ат}$ (вычисляют отношение большего значения к меньшему) удовлетворяет условию п. 18 ГОСТ 23862.0—79.

5.5.4. При определении кальция в окисях гадолиния и иттрия навеску ГСО массой 150 мг смешивают со 150 мг основы. Далее проводят анализ, как указано в пп. 4.4, 4.7, 5.1—5.4. Результат анализа ($C_{ан}$) считают правильным, если отношение значений $C_{ан}$ и $C_{ат}$ (вычисляют отношение большего значения к меньшему) удовлетворяет условию п. 18 ГОСТ 23862.0—79.

5.5.5. При анализе окиси лютеция навеску ГСО массой 50 мг смешивают с 50 мг основы. Далее проводят анализ, как указано в пп. 4.3б, 4.4, 5.1—5.4. Результат анализа ($C_{ан}$) считают правильным, если отношение значений $C_{ан}$ и $C_{ат}$ (вычисляют отношение большего значения к меньшему) удовлетворяет условию п. 18 ГОСТ 23862.0—79.

5.5.6. При анализе окиси иттрия: при определении магния и свинца навеску ГСО массой 100 мг смешивают со 100 мг основы. Далее проводят анализ, как указано в пп. 4.3в.1, 4.4, 5.1—5.4. Результат анализа ($C_{ан}$) считают правильным, если отношение значений $C_{ан}$ и $C_{ат}$ (вычисляют отношение большего значения к меньшему) удовлетворяет условию п. 18 ГОСТ 23862.0—79.

При определении циркония навеску ГСО массой 80 мг смешивают со 160 мг основы. Далее проводят анализ, как указано в пп. 4.3в.3, 4.4, 5.1—5.4. Результат анализа ($C_{ан}$) считают правильным, если отношение значений $C_{ан}$ и $\frac{1}{2} C_{ат}$ (вычисляют отношение большего значения к меньшему) удовлетворяет условию п. 18 ГОСТ 23862.0—79.

5.5—5.5.6. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru