Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

САМАРИЙ, ЕВРОПИЙ, ГАДОЛИНИЙ, ТЕРБИЙ, ГОЛЬМИЙ, ЭРБИЙ, ТУЛИЙ, ИТТЕРБИЙ, ЛЮТЕЦИЙ И ИХ ОКИСИ

Спектральный метод определения примесей окисей редкоземельных элементов

ГОСТ 23862.3—79

Samarium, europium, gadolinium, terbium, holmium, erbium, ytterbium, lutecium and their oxides. 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 спектральный метод определения примесей окисей редкоземельных элементов (РЗЭ) в самарии, европии, гадолинии, тербии, гольмии, эрбии, тулии, иттербии, лютеции (предварительно переведенных в окиси) и их окисях.

Метод основан на возбуждении и фотографической регистрации дуговых эмиссионных спектров анализируемого материала и образцов сравнения.

Массовые доли редкоземельных примесей находят по градуировочному графику.

Интервал определяемых массовых долей примесей окисей:

в окиси самария:
неодима от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
европия от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
гадолиния от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1к\,10^{-2}$ %

в окиси европия:
неодима от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
самария от $5 \cdot 10^{-3}$ % до $5к\,10^{-2}$ %
гадолиния от $5 \cdot 10^{-3}$ % до $5к\,10^{-2}$ %

в окиси гадолиния:
самария от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
европия от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $5к\,10^{-3}$ %
тербия от $3 \cdot 10^{-3}$ % до $1к\,10^{-1}$ %
диспрозия от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
иттрия от $3 \cdot 10^{-4}$ % до $5к\,10^{-3}$ %

в окиси тербия:
гадолиния от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
диспрозия от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
иттрия от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $1к\,10^{-2}$ %

в окиси гольмия:
диспрозия от $5 \cdot 10^{-3}$ % до $3к\,10^{-2}$ %
эрбия от $5 \cdot 10^{-3}$ % до $3к\,10^{-2}$ %
иттрия от $3 \cdot 10^{-3}$ % до $1к\,10^{-2}$ %

в окиси эрбия:
диспрозия от $5 \cdot 10^{-3}$ % до $3к\,10^{-2}$ %
гольмия от $5 \cdot 10^{-3}$ % до $3к\,10^{-2}$ %
тулия от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $5к\,10^{-3}$ %
иттербия от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $5к\,10^{-3}$ %
иттрия от $3 \cdot 10^{-3}$ % до $1к\,10^{-2}$ %

в окиси тулия:
эрбия от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
иттербия от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
лютеция от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-2}$ %

в окиси иттербия:
эрбия от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
тулия от $3 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
лютеция от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $3к\,10^{-3}$ %
иттрия от $3 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-2}$ %

в окиси лютеция:
эрбия от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
тулия от $5 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-2}$ %
иттербия от $1 \cdot 10^{-4}$ % до $1к\,10^{-3}$ %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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 или 2400 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 переменного тока высокочастотным разрядом.

Микрофотометр нерегистрирующий типа МФ-2 или аналогичный.

Микрофотометр регистрирующий типа GII или GIII с самописцем G1B1 или аналогичный.

Спектропроектор типа ПС-18 или аналогичный.

Весы аналитические типа АДВ-200 или аналогичные.

Весы торсионные типа ВТ-500 или аналогичные.

Бокс из органического стекла.

Ступка и пестик из органического стекла.

Ступка и пестик из яшмы.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 950 °С.

Тигли фарфоровые № 5.

Станок для заточки электродов.

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

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

- электроды типа «рюмка» с толщиной стенок 1 мм, высотой наружной стенки 4 мм, высотой «ножки» 2 мм, толщиной «ножки» 2 мм:

глубина кратера 3 мм, диаметр 4 мм — (I),
глубина кратера 2 мм, диаметр 4 мм — (Iа),
глубина кратера 5 мм, диаметр 2 мм — (Iб),
глубина кратера 4 мм, диаметр 4 мм — (Iв),
глубина кратера 3 мм, диаметр 4,5 мм — (Iг);

- электроды с высотой заточенной части 10 мм, диаметром кратера 2 мм:

глубина кратера 2 мм, толщина стенок 0,7—0,8 мм — (II),
глубина кратера 2 мм, толщина стенок 1 мм — (III),
глубина кратера 3 мм, толщина стенок 0,7—0,8 мм — (IV),
глубина кратера 3 мм, толщина стенок 1 мм — (V),
глубина кратера 5 мм, толщина стенок 0,7—0,8 мм — (VI),
глубина кратера 5 мм, толщина стенок 1 мм — (VII);

- электроды с высотой заточенной части 10 мм, диаметром кратера 1,5 мм:

глубина кратера 4 мм, толщина стенок 0,7—0,8 мм — (VIII).

Графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463—79.

Калька бумажная по ГОСТ 892—89.

Вата медицинская компрессная по НТД или гигроскопическая по ГОСТ 5556—81.

Секундомер механический.

Фотопластинки спектрографические типа ЭС и типа II чувствительностью 15 ед или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., разбавленная 1 : 1 и 1 %-ный раствор.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, х. ч., насыщенный водный и 0,1 %-ный растворы.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Цезий хлористый.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76.

Литий фтористый.

Литий углекислый.

Буферная смесь 1 — порошковый графит, содержащий 5 % хлористого цезия: 5 г хлористого цезия смешивают с 95 г порошкового графита в ступке из органического стекла, перемешивают в

течение 3 ч, добавляя спирт, поддерживая массу в кашицеобразном состоянии. Смесь сушат в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С в течение 4 ч.

Буферная смесь 2 — порошковый графит, содержащий 10 % хлористого натрия: 10 г хлористого натрия смешивают с 90 г порошкового графита в ступке из яшмы, перемешивают в течение 1 ч, добавляя спирт, поддерживая массу в кашицеобразном состоянии. Смесь сушат в сушильном шкафу при 100—105 °С в течение 1 ч.

Буферная смесь 3 — порошковый графит, содержащий 5 % фтористого лития и 5 % углекислого лития: 5 г фтористого лития и 5 г углекислого лития смешивают с 90 г порошкового графита в ступке из органического стекла, перемешивают в течение 3 ч, добавляя спирт, поддерживая массу в кашицеобразном состоянии. Смесь сушат в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С в течение 4 ч.

Буферная смесь 4 — порошковый графит, содержащий 10 % фтористого натрия: 10 г фтористого натрия смешивают с 90 г порошкового графита в ступке из органического стекла, перемешивают в течение 3 ч, добавляя спирт, поддерживая массу в кашицеобразном состоянии. Смесь сушат в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С в течение 4 ч.

Буферная смесь 5 — порошковый графит, содержащий 10 % углекислого лития: 10 г углекислого лития смешивают с 90 г порошкового графита в ступке из яшмы, перемешивают в течение 1 ч, добавляя спирт, поддерживая массу в кашицеобразном состоянии. Смесь сушат в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С в течение 1 ч.

Окиси неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция, чистые по определяемым примесям.

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

Рабочие растворы для приготовления образцов на каждой из окисей РЗЭ готовят последовательным разбавлением соответствующих смесей стандартных растворов определяемых РЗЭ.

Рабочие растворы А, содержащие по 1 мг/см^3 каждого из определяемых элементов в расчете на его окись: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают по 10 см^3 стандартных растворов соответствующих РЗЭ, указанных в табл. 1, и доводят объем до метки 1 %-ным раствором соляной кислоты.

Рабочие растворы Б, содержащие по 0,1 мг/см^3 каждого из определяемых элементов в расчете на его окись готовят разбавлением соответствующего раствора А в 10 раз 1 %-ным раствором соляной кислоты. Составы рабочих растворов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Номер рабочего раствора	Состав рабочего раствора	
	Наименование элемента	Массовая концентрация каждого элемента в расчете на его окись, мг/см^3
1Б 1В	Иттрий	0,1 0,01
2А 2Б	Диспрозий	1 0,1
3А 3Б	Эрбий, иттрий	1 0,1
4А 4Б	Диспрозий, гольмий, тулий, иттрий	1 0,1
5Б	Иттербий	0,1

Продолжение табл. 1

Номер рабочего раствора	Состав рабочего раствора	
	Наименование элемента	Массовая концентрация каждого элемента в расчете на его окись, мг/см^3
6А 6Б 6В	Эрбий, тулий, иттрий	1 0,1 0,01
7А 7Б 7В	Лютеций	1 0,1 0,01
8А 8Б	Неодим, европий, гадолиний	1 0,1
9А 9Б	Неодим	1 0,1
10А 10Б	Самарий, гадолиний	1 0,1
11А 11Б 11В	Самарий, тербий, диспрозий, иттрий	1 0,1 0,01
12А 12Б	Гадолиний, диспрозий, иттрий	1 0,1
13А 13Б 13В	Эрбий, иттербий, лютеций	1 0,1 0,01
14А 14Б 14В	Эрбий, тулий, иттербий	1 0,1 0,01
15Б 15В	Европий	0,1 0,01

Рабочие растворы В, содержащие по 0,01 мг/см^3 каждого из определяемых элементов в расчете на его окись, готовят разбавлением соответствующего раствора Б в 10 раз 1 %-ным раствором соляной кислоты. Составы рабочих растворов приведены в табл. 1.

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

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление образцов сравнения

Каждый образец сравнения (ОС) готовят перед фотографированием его спектра смешиванием образцов на окиси РЗЭ с порошковым графитом в соотношении 1 : 1.

3.2. Приготовление образцов на окиси РЗЭ

10 г окиси РЗЭ, чистой по определяемым примесям, помещают в стакан вместимостью 1000 см^3, смачивают водой, добавляют 100 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают до полного растворения.

Раствор упаривают до влажных солей, растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды и в полученный раствор вводят рабочие растворы А, Б или В в количествах, приведенных в табл. 2—8 (а—е).

Таблица 2

Образцы на окиси гадолиния (ООГД)

Обозначение образца	Массовая доля окиси иттрия в ООГД, %	Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$	
		1Б	1В
ООГД-1	$5 \cdot 10^{-4}$	—	5
ООГД-2	$1 \cdot 10^{-3}$	1	—
ООГД-3	$2 \cdot 10^{-3}$	2	—
ООГД-4	$3 \cdot 10^{-3}$	3	—

Таблица 3

Образцы на окиси гольмия (ООГ)

Обозначение образца	Массовая доля окиси диспрозия в ООГ, %	Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$	
		2А	2Б
ООГ1	$5 \cdot 10^{-3}$	—	5
ООГ2	$1 \cdot 10^{-2}$	1	—
ООГ3	$2 \cdot 10^{-2}$	2	—
ООГ4	$3 \cdot 10^{-2}$	3	—

Таблица 4

Обозначение образца	Массовая доля окисей эрбия, иттрия в ООГ, %	Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$	
		3А	3Б
ООГ5	$3 \cdot 10^{-2}$	—	3
ООГ6	$5 \cdot 10^{-3}$	—	5
ООГ7	$1 \cdot 10^{-2}$	1	—
ООГ8	$2 \cdot 10^{-2}$	2	—
ООГ9	$3 \cdot 10^{-2}$	3	—
ООГ10	$5 \cdot 10^{-2}$	5	—

Таблица 5

Образцы на окиси эрбия (ООЭ)

Обозначение образца	Массовая доля окисей диспрозия, гольмия, тулия, иттрия в ООЭ, %	Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$	
		4А	4Б
ООЭ1	$3 \cdot 10^{-3}$	—	3
ООЭ2	$5 \cdot 10^{-3}$	—	5
ООЭ3	$1 \cdot 10^{-2}$	1	—
ООЭ4	$2 \cdot 10^{-2}$	2	—
ООЭ5	$3 \cdot 10^{-2}$	3	—

Таблица 6

Обозначение образца	Массовая доля окиси иттербия в ООЭ, %	Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$
		5Б
ООЭ6	$1 \cdot 10^{-3}$	1
ООЭ7	$2 \cdot 10^{-3}$	2
ООЭ8	$3 \cdot 10^{-3}$	3
ООЭ9	$5 \cdot 10^{-3}$	5

Таблица 7

Образцы на окиси иттербия (ООИ)

Обозначение образца	Массовая доля окисей эрбия, тулия, иттрия в ООИ, %	Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$		
		6А	6Б	6В
ООИ1	$3 \cdot 10^{-4}$	—	—	3
ООИ2	$5 \cdot 10^{-4}$	—	—	5
ООИ3	$1 \cdot 10^{-3}$	—	1	—
ООИ4	$3 \cdot 10^{-3}$	—	3	—
ООИ5	$5 \cdot 10^{-3}$	—	5	—
ООИ6	$1 \cdot 10^{-2}$	1	—	—

Таблица 8

Обозначение образца	Массовая доля окиси лютеция в ООИ, %	Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$		
		7А	7Б	7В
ООИ7	$5 \cdot 10^{-4}$	—	—	5
ООИ8	$1 \cdot 10^{-3}$	—	1	—
ООИ9	$3 \cdot 10^{-3}$	—	3	—
ООИ10	$5 \cdot 10^{-3}$	—	5	—
ООИ11	$1 \cdot 10^{-2}$	1	—	—

Таблица 8а

Образцы на окиси самария (ООСМ)

Обозначение образца сравнения	Массовая доля окисей неодима, европия, гадолиния в ООСМ, %	Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$	
		8А	8Б
ООСМ1	$1 \cdot 10^{-2}$	1	—
ООСМ2	$5 \cdot 10^{-3}$	—	5
ООСМ3	$3 \cdot 10^{-3}$	—	3
ООСМ4	$2 \cdot 10^{-3}$	—	2
ООСМ5	$1 \cdot 10^{-3}$	—	1

Таблица 8б

Образцы на окиси европия (ООЕ)

Обозначение образца сравнения	Массовая доля окисей в ООЕ, %		Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$		
	неодима	самария, гадолиния	10А	9Б	10Б
ООЕ1	$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	—	1	5
ООЕ2	$2 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	—	2	10
ООЕ3	$5 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	2	5	—
ООЕ4	$1 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	5	10	—

Таблица 8в

Образцы на окиси гадолиния (ООГда)

Обозначение образца сравнения	Массовая доля окисей в ООГда, %		Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$				
	самария, тербия, диспрозия, иттрия	европия	11А	11Б	11В	15Б	15В
ООГда1	$3 \cdot 10^{-4}$		—	—	3		
ООГда2	$5 \cdot 10^{-4}$		—	—	5		
ООГда3	$1 \cdot 10^{-3}$		—	1	—		
ООГда4	$3 \cdot 10^{-3}$		—	3	—		
ООГда5	$5 \cdot 10^{-3}$		—	5	—		
ООГда6	$1 \cdot 10^{-2}$		1	—	—		
ООГда7	$2 \cdot 10^{-2}$		2	—	—		
ООГда8	$5 \cdot 10^{-2}$		5	—	—		
ООГда9	$1 \cdot 10^{-1}$		10	—	—		
ООГда10		$5 \cdot 10^{-3}$				5	
ООГда11		$3 \cdot 10^{-3}$				3	
ООГда12		$1 \cdot 10^{-3}$				1	
ООГда13		$5 \cdot 10^{-4}$					5
ООГда14		$3 \cdot 10^{-4}$					3
ООГда15		$2 \cdot 10^{-4}$					2
ООГда16		$1 \cdot 10^{-4}$					1
ООГда17		$5 \cdot 10^{-5}$					0,5

Таблица 8г

Образцы на окиси тербия (ООТ)

Обозначение образца сравнения	Массовая доля окисей гадолиния, диспрозия, иттрия, в ООТ, %	Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$	
		12А	12Б
ООТ1	$1 \cdot 10^{-2}$	1	—
ООТ2	$5 \cdot 10^{-3}$	—	5
ООТ3	$3 \cdot 10^{-3}$	—	3
ООТ4	$2 \cdot 10^{-3}$	—	2
ООТ5	$1 \cdot 10^{-3}$	—	1

Таблица 8д

Образцы на окиси тулия (ООТу)

Обозначение образца сравнения	Массовая доля окисей эрбия, иттербия, лютеция в ООТу, %	Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$		
		13А	13Б	13В
ООТу1	$1 \cdot 10^{-2}$	1	—	—
ООТу2	$5 \cdot 10^{-3}$	—	5	—
ООТу3	$3 \cdot 10^{-3}$	—	3	—
ООТу4	$1 \cdot 10^{-3}$	—	1	—
ООТу5	$5 \cdot 10^{-4}$	—	—	5

Таблица 8е

Образцы на окиси лютеция (ООЛю)

Обозначение образца сравнения	Массовая доля окисей эрбия, тулия, иттербия в ООЛю, %	Количество добавляемых рабочих растворов, $см^3$		
		14А	14Б	14В
ООЛю1	$1 \cdot 10^{-2}$	1	—	—
ООЛю2	$5 \cdot 10^{-3}$	—	5	—
ООЛю3	$3 \cdot 10^{-3}$	—	3	—
ООЛю4	$1 \cdot 10^{-3}$	—	1	—
ООЛю5	$5 \cdot 10^{-4}$	—	—	5
ООЛю6	$3 \cdot 10^{-4}$	—	—	3
ООЛю7	$1 \cdot 10^{-4}$	—	—	1

После смешивания растворов добавляют дистиллированную воду до объема 500—600 $см^3$ и аммиак до pH 1,5—2. Раствор нагревают до кипения, добавляют 150 $см^3$ горячего насыщенного раствора щавелевой кислоты. Раствор с осадком выдерживают 24 ч. Осадок отфильтровывают через фильтр с синей лентой, промывают 20 $см^3$ 0,1 %-ным раствором щавелевой кислоты, помещают в фарфоровый тигель, подсушивают на электроплитке и прокаливают в муфельной печи при 900 °С до постоянной массы. Прокаленные окиси хранят в эксикаторе в пакетах из кальки.

Масса навесок окисей РЗЭ 10 г. Состав, концентрация и количество, $см^3$, добавляемых рабочих растворов окисей определяемых РЗЭ приведены в табл. 2—8 (а — е).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Анализируемую пробу или образец на окиси РЗЭ смешивают с равным количеством порошкового графита или буферной смеси в ступке из яшмы до получения однородной смеси. Смесь высыпают на листок кальки и доверху плотно заполняют кратеры электродов многократным погружением электрода в смесь. Размеры электродов приведены в разд. 2.

Два электрода, заполненных пробой или образцом сравнения, помещают в штативе вертикально, кратерами навстречу друг другу. Спектры фотографируют на спектрографе ДФС-13. Спектр пробы и образца сравнения регистрируют на фотопластинке по три раза.

Экспонированные фотопластинки проявляют, промывают водой, фиксируют, промывают в проточной воде в течение 15 мин и сушат.

4.2. Анализ гадолиния или его окиси

Гадолиний переводят в окись по ГОСТ 23862.0—79.

4.2.1. Определение содержания окиси иттрия

Навеску анализируемой пробы или каждого образца ООГД1—ООГД4 массой 240 мг (см. табл. 2) смешивают с 240 мг буферной смеси 1 и помещают (см. п. 4.1) в шесть электродов I. Между электродами зажигают дугу переменного тока 14 А. Фотографируют спектры с экспозицией 120 с. Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают равным 2 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 300,0—330,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 2400 штр/мм. Ширина щели спектрографа 20 мкм. В кассету спектрографа заряжают фотопластинку типа II.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Анализ гольмия или его окиси

Гольмий переводят в окись по ГОСТ 23862.0—79.

4.3.1. Определение содержания окиси диспрозия

Навеску анализируемой пробы или каждого образца ООГ1 — ООГ4 (см. табл. 3) массой 60 мг смешивают с 60 мг порошкового графита и помещают в кратеры шести электродов IV (см. п. 4.1).

Между электродами зажигают дугу переменного тока 14—15 А. Фотографируют спектры с экспозицией 90 с. Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают равным 2 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 420,0—425,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 2400 штр/мм (см. п. 4.1). Ширина щели спектрографа 20 мкм. В кассету спектрографа заряжают пластинку типа II.

4.3.2. Определение содержания окисей эрбия и иттрия

Навеску анализируемой пробы или каждого образца ООГ5 — ООГ10 (см. табл. 4) массой 60 мг смешивают с 60 мг порошкового графита и помещают в кратеры шести электродов IV (см. п. 4.1). Между электродами зажигают дугу переменного тока 14—15 А. Фотографируют спектр до полного выгорания пробы (~ 90 с). Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают равным 2 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 390,0—410,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 2400 штр/мм (см. п. 4.1). Ширина щели спектрографа 15 мкм. В кассету спектрографа заряжают пластинку типа II.

4.4. Анализ эрбия или его окиси

Эрбий переводят в окись по ГОСТ 23862.0—79.

4.4.1. Определение содержания окисей диспрозия, гольмия, тулия, иттрия

Навеску анализируемой пробы или каждого образца ООЭ1 — ООЭ5 (см. табл. 5) массой 50 мг смешивают с 50 мг порошкового графита и помещают в кратеры шести электродов III (см. п. 4.1).

Между электродами зажигают дугу переменного тока 12—13 А. Фотографируют спектр с экспозицией 90 с. Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают равным 1,5 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 310,0—350,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм (см. п. 4.1). Ширина щели спектрографа 15 мкм. В кассету спектрографа заряжают пластинку типа ЭС.

4.4.2. Определение содержания окиси иттербия

Навеску анализируемой пробы или каждого образца ООЭ6 — ООЭ9 (см. табл. 6) массой 50 мг смешивают с 50 мг порошкового графита и помещают в кратеры шести электродов III (см. п. 4.1). Между электродами зажигают дугу переменного тока 12—13 А. Фотографируют спектр с экспозицией 60 с. Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают равным 1,5 мм.

Спектр фотографируют в области длин волн 390,0—400,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм (см. п. 4.1). Ширина щели спектрографа 12 мкм. В кассету спектрографа заряжают пластинку типа ЭС.

4.5. Анализ иттербия или его окиси

Иттербий переводят в окись по ГОСТ 23862.0—79.

4.5.1. Определение содержания окисей эрбия, тулия, иттрия

Навеску анализируемой пробы или каждого образца ООИ1 — ООИ6 (см. табл. 7) массой 50 мг смешивают с 50 мг порошкового графита и помещают в кратеры шести электродов II (см. п. 4.1).

Между электродами зажигают дугу переменного тока 14—15 А. Фотографируют спектр с экспозицией 105 с с предварительным обжигом в течение 15 с. Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают равным 2 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 310,0—335,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм (см. п. 4.1). Ширина щели спектрографа 15 мкм. В кассету спектрографа заряжают пластинку типа ЭС.

4.5.2. Определение содержания окиси лютеция

Навеску анализируемой пробы или каждого образца ООИ7 — ООИ11 (см. п. 3.2 табл. 8) массой 60 мг смешивают с 60 мг порошкового графита и помещают в кратеры шести электродов IV (см. п. 4.1).

Между электродами зажигают дугу переменного тока 14—15 А. Фотографируют спектр с экспозицией 90 с. Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают равным 2 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 260,0—270,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм (см. п. 4.1). Ширина щели спектрографа 15 мкм. В кассету спектрографа заряжают пластинку типа ЭС.

4.6. Анализ самария и его окиси

Самарий переводят в окись по ГОСТ 23862.0—79.

4.6.1 Определение содержания окиси европия

Навеску анализируемой пробы и каждого образца ООСм1 — ООСм5 массой по 180 мг помещают в кратеры трех графитовых электродов типа «рюмка» (Iа). При заполнении электродов окись самария высыпают на листок кальки и доверху плотно заполняют кратеры электродов многократным погружением электрода в окись самария. Противоэлектродом служит электрод (VII), заполненный буферной смесью 2.

Два электрода, заполненные пробой или образцом сравнения, помещают в штатив вертикально, кратерами навстречу друг другу. Анодом служит электрод, заполненный анализируемой пробой или образцом сравнения, катодом — электрод, заполненный буферной смесью. Между электродами зажигают дугу постоянного тока силой 10 А. Фотографируют спектры с экспозицией 60 с. Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают равным 3 мм. Спектры фотографируют в области длин волн 285,0—300,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 2400 штр/мм. Ширина щели спектрографа 20 мкм. В кассету спектрографа заряжают фотопластинку тип II.

4.6.2. Определение содержания окисей неодима, гадолиния

Навеску анализируемой пробы и каждого образца сравнения ООСм1 — ООСм5 массой по 40 мг смешивают со 120 мг графитового порошка в ступке из яшмы до получения однородной массы. Смесь высыпают на листок кальки и доверху плотно заполняют кратеры двенадцати графитовых электродов (VIII). Два электрода, заполненных пробой или образцом сравнения, помещают в штатив вертикально, кратерами навстречу друг другу. Между электродами зажигают дугу переменного тока силой 15 А и фотографируют спектр с экспозицией 90 с. Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают 3 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 425,0—435,0 нм (при определении неодима) и 300,0—310,0 нм (при определении гадолиния) с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 2400 штр/мм. Ширина щели спектрографа 20 мкм. В кассету спектрографа заряжают фотопластинку тип II.

4.7. Анализ европия или его окиси

Европий переводят в окись по ГОСТ 23862.0—79.

4.7.1. Определение содержания окисей неодима, самария, гадолиния

Навеску анализируемой пробы и каждого образца сравнения ООЕ1 — ООЕ4 массой 100 мг смешивают с 400 мг порошкового графита в ступке из яшмы до получения однородной смеси. Смесь высыпают на кальку и погружением электрода в смесь доверху плотно заполняют шесть графитовых электродов (I). Два электрода, заполненные пробой или образцом сравнения, помещают в штатив вертикально кратерами навстречу друг другу. Между электродами зажигают дугу переменного тока 15—16 А. Фотографируют спектры с экспозицией 80 с после предварительного обжига в течение 60 с при закрытой щели спектрографа. Спектры фотографируют в области длин волн 385 нм. Ширина щели спектрографа 15 мкм. В кассету спектрографа заряжают пластинку тип II.

4.8. Анализ гадолиния или его окиси

Гадолиний переводят в окись по ГОСТ 23862.0—79.

4.8.1. Определение содержания окисей самария, тербия, диспрозия, иттрия

Навеску анализируемой пробы и каждого образца сравнения ООГда1 — ООГДа9 массой 300 мг смешивают со 100 мг буферной смеси 3 в ступке из яшмы до получения однородной массы. Смесь высыпают на листок кальки и многократным погружением электродов в смесь плотно доверху заполняют кратеры электродов (Iг). Электрод с анализируемой пробой или образцом сравнения служит анодом, катодом служит электрод (V), заполненный буферной смесью 4. Между электродами зажигают дугу постоянного тока 13 А. Время экспозиции 90 с. Спектры фотографируют на спектрографе ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм в области 410,0—440,0 нм. В кассету заряжают фотопластинку тип II.

4.8.2. Определение содержания окиси европия

Навеску анализируемой пробы и каждого образца сравнения ООГда10 — ООГда17 массой 40 мг помещают в электрод (Iв) и легким постукиванием электрода добиваются равномерного распределения пробы в объеме канала. В другой электрод (VII) помещают буферную смесь 2 путем многократного погружения в нее электрода. Между электродами зажигают дугу постоянного тока 10 А. Электрод с пробой служит анодом, электрод с буферной смесью — катодом. Расстояние между электродами поддерживается 2 мм. Спектры фотографируют на спектрографе ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм в области 460 нм. Время экспозиции 30 с. В кассету спектрографа заряжают фотопластинку тип II.

4.9. Анализ тербия или его окиси

Тербий переводят в окись по ГОСТ 23862.0—79.

4.9.1. Определение содержания окиси гадолиния

Навеску анализируемой пробы и каждого образца сравнения ООТ1 — ООТ5 массой 100 мг смешивают со 100 мг буферной смеси 5 и помещают в кратеры шести графитовых электродов (VI).

Между электродами зажигают дугу переменного тока 14—15 А. Время экспозиции 90 с. Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают 2 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 295,0—305,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 2400 штр/мм. Ширина щели спектрографа 20 мкм. В центр кассеты спектрографа заряжают фотопластинку тип II.

4.9.2. Определение содержания окиси диспрозия

Навеску анализируемой пробы и каждого образца сравнения ООТ1 — ООТ5 массой 150 мг смешивают со 150 мг порошкового графита и помещают в кратеры шести графитовых электродов (Ia). Между электродами зажигают дугу переменного тока 14—15 А. Время экспозиции 90 с. Расстояние между электродами поддерживают 2 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 410,0—425,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 2400 штр/мм. Ширина щели спектрографа 17 мкм. В кассету спектрографа заряжают фотопластинку тип ЭС.

4.9.3. Определение содержания окиси иттрия

Навеску анализируемой пробы и каждого образца сравнения ООТ1 — ООТ5 массой 90 мг смешивают с 90 мг порошкового графита и помещают в кратеры шести электродов (VI). Между электродами зажигают дугу переменного тока 14—15 А. Время экспозиции 90 с. Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают равным 2 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 320,0—330,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 2400 штр/мм. Ширина щели спектрографа 22 мкм. В кассету спектрографа заряжают фотопластинку типа ЭС.

4.10. Анализ тулия или его окиси

Тулий переводят в окись по ГОСТ 23862.0—79.

4.10.1. Определение содержания окисей эрбия, иттербия

Навеску анализируемой пробы и каждого образца сравнения ООТу1 — ООТу5 массой 60 мг смешивают с 60 мг порошкового графита и помещают в кратеры шести графитовых электродов (VIII). Между электродами зажигают дугу переменного тока 14—15 А. Время экспозиции 60 с. Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают равным 2 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 322,5—330,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 2400 штр/мм. Ширина щели спектрографа 15 мкм. В кассету спектрографа заряжают фотопластинку тип II.

4.10.2. Определение содержания окиси лютеция

Навеску анализируемой окиси тулия или каждого образца сравнения ООТу1 — ООТу5 массой 80 мг смешивают с 80 мг порошкового графита и помещают в кратеры шести графитовых электродов (VI). Между электродами зажигают дугу переменного тока 14—15 А. Время экспозиции 60 с. Расстояние между электродами поддерживают равным 2 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 255,0—265,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм. Ширина щели спектрографа 20 мкм. В кассету спектрографа заряжают фотопластинку тип ЭС.

4.11. Анализ лютеция или его окиси

Лютеций переводят в окись по ГОСТ 23862.0—79.

4.11.1. Определение содержания окисей эрбия, тулия, иттербия

Навеску анализируемой пробы и каждого образца сравнения ООЛю1 — ООЛю7 массой 60 мг смешивают с 60 мг порошкового графита в ступке из яшмы до получения однородной массы. Смесь высыпают на листок кальки и доверху плотно заполняют кратеры шести графитовых электродов (IV) многократным погружением электродов в смесь. Два электрода, заполненных пробой или образцом сравнения, помещают в штатив вертикально, кратерами навстречу друг другу. Между электродами зажигают дугу переменного тока 14—15 А. Экспозиция 60 с. Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают равным 2 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 310,0—335,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм. Ширина щели спектрографа 15 мкм. В кассету спектрографа заряжают фотопластинку тип II.

4.6—4.11. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

В каждой спектрограмме фотометрируют почернения аналитической линии определяемого элемента и линии сравнения или логарифма отношения интенсивностей аналитических линий и фона в спектрах проб и образцов сравнения.

5.1а. С помощью микрофотометра МФ-2 фотометрируют почернения аналитических линий определяемого элемента $S_л$ и линий сравнения $S_с$ или фона $S_ф$ и вычисляют разность почернений

$$\Delta S = S_л - S_с \text{ или } \Delta S = S_л - S_ф.$$

По трем параллельным значениям ΔS_1, ΔS_2, ΔS_3, полученным по трем спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднеарифметическое результатов $\Delta\overline{S}$. По значениям lg C и ΔS для образцов сравнения строят градуировочный график в координатах ($\overline{\Delta S}$, lg C). Массовую долю определяемой примеси в пробе находят по градуировочному графику по значению $\Delta\overline{S}$ для пробы, полученному по трем спектрограммам, снятым для пробы.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

5.1. С помощью регистрирующего микрофотометра в каждой спектрограмме записывают контур аналитической линии определяемого элемента (см. табл. 9) и близлежащего фона. Затем на полученной регистрограмме измеряют величину $i_{л+ф}$ (расстояние от линии темнового тока до высшей точки контура линии в миллиметрах) и величину $i_ф$ (расстояние от линии темнового тока до точки, лежащей рядом с основанием контура линии) и вычисляют величину

$$\lg\left(\frac{i_ф}{i_{л+ф}} - 1\right) = \lg\frac{I_л}{I_ф}.$$

Таблица 9

Основа	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Длина волны линии сравнения, нм	Массовая доля определяемых окисей РЗЭ, %	Применяемый микрофотометр
Окись самария	Неодим	430,357	Фон	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	Регистрирующий
	Европий	290,668	290,680	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	МФ-2
	Гадолиний	303,405	Фон	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	Регистрирующий
Окись европия	Неодим	401,22	Фон	$1 \cdot 10^{-3}$—$2 \cdot 10^{-2}$	
	Самарий	366,14	Фон	$5 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-2}$	МФ-2
	Гадолиний	365,46	Фон	$5 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-2}$	
Окись гадолиния	Самарий	447,088	Фон	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	
		459,404	—	$5 \cdot 10^{-5}$—$3 \cdot 10^{-4}$	МФ-2
	Европий	462,724	Фон	$3 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-3}$	
		466,189	—	$1 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-3}$	
	Тербий	433,845	Фон	$5 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	Регистрирующий
	Диспрозий	418,678	Фон	$5 \cdot 10^{-4}$—$5 \cdot 10^{-3}$	МФ-2
	Иттрий	410,238	Фон	$3 \cdot 10^{-4}$—$5 \cdot 10^{-3}$	
		321,668	Фон	$5 \cdot 10^{-4}$—$3 \cdot 10^{-3}$	Регистрирующий
Окись тербия	Гадолиний	303,285	Фон	$1 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-3}$	Регистрирующий
		303,285	303,34	$3 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	МФ-2
		418,681	Фон	$1 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-3}$	Регистрирующий
	Диспрозий	418,681	419,06	$3 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	МФ-2
		324,228	Фон	$1 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-3}$	Регистрирующий
	Иттрий	324,228	324,22	$3 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	МФ-2

Продолжение табл. 9

Основа	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Длина волны линии сравнения, нм	Массовая доля определяемых окисей РЗЭ, %	Применяемый микрофотометр
Окись гольмия	Диспрозий	422,110	Фон	$5 \cdot 10^{-3}$—$3 \cdot 10^{-2}$	Регистрирующий
	Эрбий	400,797	Фон	$5 \cdot 10^{-3}$—$3 \cdot 10^{-2}$	
	Иттрий	398,260	Фон	$3 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	
Окись эрбия	Диспрозий	346,097	—	$5 \cdot 10^{-3}$—$3 \cdot 10^{-2}$	Регистрирующий
	Гольмий	345,600	—	$5 \cdot 10^{-3}$—$3 \cdot 10^{-2}$	
	Тулий	336,224	Фон	$1 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-3}$	
	Иттербий	398,787	—	$1 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-3}$	
	Иттрий	332,787	—	$3 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	
Окись тулия	Эрбий	326,478	Фон	$5 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$	Регистрирующий
	Иттербий	328,937	328,95 328,88	$5 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$	МФ-2
	Лютеций	261,542	262,49 261,52	$5 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$	
Окись иттербия	Эрбий	323,059	Фон	$5 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$	Регистрирующий
	Тулий	313,126	Фон	$3 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$	
	Лютеций	261,562	Фон	$5 \cdot 10^{-4}$—$3 \cdot 10^{-2}$	
	Иттрий	332,787	Фон	$3 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$	
Окись лютеция	Эрбий	323,059	323,07 324,28	$5 \cdot 10^{-4}$—$5 \cdot 10^{-3}$	МФ-2
	Тулий	326,478 313,126	327,14 318,02 319,60	$5 \cdot 10^{-4}$—$5 \cdot 10^{-3}$	
	Иттербий	328,937	328,85 329,04	$1 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-3}$	

По трем спектрограммам, снятым для каждого образца, вычисляют логарифм отношения интенсивности линии определяемого элемента к интенсивности фона

$$\left(\lg\frac{I_л}{I_ф}\right)_1;\ \left(\lg\frac{I_л}{I_ф}\right)_2;\ \left(\lg\frac{I_л}{I_ф}\right)_3.$$

Находят среднеарифметическое $\left(\lg\frac{I_л}{I_ф}\right)_{ср}$.

По значениям $\lg C$ и $\left(\lg\frac{I_л}{I_ф}\right)_{ср}$ для образцов сравнения строят градуировочный график в координатах $\left(\lg C;\ \lg\frac{I_л}{I_ф}\right)$. По этому градуировочному графику по значению $\left(\lg\frac{I_л}{I_ф}\right)_{ср}$ для анализируемой пробы, найденному как среднеарифметическое результатов трех параллельных определений, находят содержание определяемой примеси в пробе.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Расхождение результатов трех параллельных определений (отношение наибольшего результата к наименьшему), а также расхождение результатов двух анализов (отношение большего результата к меньшему) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 10.

Таблица 10

Основа	Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение
Окись самария	Окись неодима	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	1,7
	Окись европия	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	1,8
	Окись гадолиния	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	1,7
Окись европия	Окись неодима	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	1,9
	Окись самария	$5 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-2}$	1,9
	Окись гадолиния	$5 \cdot 10^{-3}$—$5 \cdot 10^{-2}$	1,9
Окись гадолиния	Окись самария	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	1,9
	Окись европия	$5 \cdot 10^{-5}$—$5 \cdot 10^{-3}$	2,3
	Окись тербия	$3 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-1}$	1,8
	Окись диспрозия	$5 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$	1,7
	Окись иттрия	$3 \cdot 10^{-4}$—$5 \cdot 10^{-3}$	2,0
Окись тербия	Окись гадолиния	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	1,8
	Окись диспрозия	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	1,8
	Окись иттрия	$1 \cdot 10^{-3}$—$1 \cdot 10^{-2}$	1,8
Окись гольмия	Окись диспрозия	$5 \cdot 10^{-3}$	1,9
		$1 \cdot 10^{-2}$	1,8
		$3 \cdot 10^{-2}$	1,7
	Окись эрбия	$5 \cdot 10^{-3}$	1,9
		$1 \cdot 10^{-2}$	1,8
		$3 \cdot 10^{-2}$	1,6
	Окись иттрия	$3 \cdot 10^{-3}$	1,8
		$5 \cdot 10^{-3}$	1,8
		$1 \cdot 10^{-2}$	1,6
Окись эрбия	Окись диспрозия	$5 \cdot 10^{-3}$	1,9
		$1 \cdot 10^{-2}$	1,7
		$3 \cdot 10^{-2}$	1,6
	Окись гольмия	$5 \cdot 10^{-3}$	1,9
		$1 \cdot 10^{-2}$	1,7
		$3 \cdot 10^{-2}$	1,5
	Окись тулия	$1 \cdot 10^{-3}$	2,0
		$2 \cdot 10^{-3}$	1,8
		$5 \cdot 10^{-3}$	1,7
	Окись иттербия	$1 \cdot 10^{-3}$	2,0
		$3 \cdot 10^{-3}$	1,9
		$5 \cdot 10^{-3}$	1,8
	Окись иттрия	$3 \cdot 10^{-3}$	1,9
		$5 \cdot 10^{-3}$	1,7
		$1 \cdot 10^{-2}$	1,7
Окись тулия	Окись эрбия	$5 \cdot 10^{-2}$—$1 \cdot 10^{-2}$	1,8
	Окись иттербия	$5 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$	1,8
	Окись лютеция	$5 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$	1,8
Окись иттербия	Окись эрбия	$5 \cdot 10^{-4}$	2,0
		$1 \cdot 10^{-3}$	1,9
		$1 \cdot 10^{-2}$	1,8

Продолжение табл. 10

Основа	Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение
Окись иттербия	Окись тулия	$3 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $1 \cdot 10^{-2}$	1,9 1,8 1,7
	Окись лютеция	$5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $3 \cdot 10^{-3}$	1,9 1,8 1,7
	Окись иттрия	$3 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $1 \cdot 10^{-2}$	1,9 1,8 1,7
Окись лютеция	Окись эрбия Окись тулия Окись иттербия	$5 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$ $5 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-2}$ $1 \cdot 10^{-4}$—$1 \cdot 10^{-3}$	1,6 1,6 1,6

5.3. При контроле воспроизводимости параллельных определений из трех значений ΔS_1, ΔS_2 и ΔS_3, полученных по трем спектрограммам пробы, выбирают большее $\Delta S_б$ и меньшее $\Delta S_м$ значения и находят по градуировочному графику соответствующие массовые доли примесей. Расхождения между полученными результатами (отношение наибольшего к наименьшему) не должно превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 10.

При контроле воспроизводимости параллельных определений из трех значений $\left(\lg \frac{I_л}{I_ф}\right)_1$; $\left(\lg \frac{I_л}{I_ф}\right)_2$; $\left(\lg \frac{I_л}{I_ф}\right)_3$, полученных по трем спектрограммам пробы, выбирают наибольшее $\left(\lg \frac{I_л}{I_ф}\right)_б$ и наименьшее $\left(\lg \frac{I_л}{I_ф}\right)_м$ значения и находят по градуировочному графику соответствующие содержания примесей. Расхождения между полученными таким образом результатами трех параллельных определений (отношение наибольшего результата к наименьшему) не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 10.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru