

## ЛАНТАН, ЦЕРИЙ, ЕВРОПИЙ И ИХ ОКСИДЫ

Спектральный метод определения  
ванадия, железа, кобальта, марганца, меди,  
никеля, титана и хрома

Lanthanum, cerium, europium and their oxides.

Spectral method of determination of  
vanadium, iron, cobalt, manganese, copper, nickel,  
titanium and chromium

ГОСТ  
23862.5-79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября  
1979 г. № 3988 срок действия установлен

с 01.01.1981 г.

до 01.01.1986 г.

## Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения примесей ванадия, железа, кобальта, марганца, меди, никеля, титана, хрома в лантане, церии, европии (предварительно переведенных в окислы) и их окислах.

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

Определяемые концентрации примесей

в окислы лантана:

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

в двуокиси церия:

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

В окиси европия:

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

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  $1000^{\circ}\text{C}$ .

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим температуру до  $120^{\circ}\text{C}$ .

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 — диаметр кратера 4 мм, глубина кратера — 3 мм, высота наружной стенки — 4 мм, высота ножки — 2 мм, диаметр ножки — 2 мм (I);

диаметр кратера — 4 мм, глубина кратера — 5 мм, высота наружной стенки — 6 мм, высота ножки — 2 мм, диаметр ножки — 2 мм (II);

диаметр кратера — 4 мм, глубина кратера — 4 мм (III); глубина кратера — 7 мм, толщина стенок — 0,5—0,7 мм, высота заточенной части — 10 мм (IV);

диаметр кратера — 2 мм, глубина кратера — 5 мм, толщина стенок кратера 0,5—0,7 мм, высота заточенной части 8 мм (V); заточенные на усеченный конус с углом при вершине 15° и с площадью диаметром 1,5 мм (VI).

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

Порошок графитовый ОСЧ-7—4.

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 мл.

Чашки платиновые.

Кислота щавелевая ОСЧ-3—4, насыщенный раствор.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—73, разбавленная 1:1 и 1%-ная.

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

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, дважды перегнанный в кварцевом приборе.

Натрий хлористый ОСЧ-6—4.

Серебро хлористое, х.ч.

Ванадий.

Железо карбонильное радиотехническое марки ПС по ГОСТ 13610—68.

Кобальт марки К-1 или более высокой по ГОСТ 123—78.

Марганец металлический марки Мр0 или Мр00 по ГОСТ 6008—75.

Медь марки МЗ или более высокой по ГОСТ 859—78 (СТ СЭВ 226—75).

Никель марки Н-2 или более высокой по ГОСТ 849—70.

Титан.

Хром марки Х00 по ГОСТ 5905—79.

Галлий марки ГЛ-1 по ГОСТ 12797—77.

Оксиды лантана, церия, европия, чистые по определяемым примесям.

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

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

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

Раствор Л<sub>1</sub>, содержащий по 0,01 мг/мл ванадия, железа, кобальта, марганца, никеля, готовят перед употреблением разбавлением раствора Л в 10 раз 1%-ным раствором азотной кислоты.

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

Раствор Ц<sub>1</sub>, содержащий по 0,01 мг/мл железа, кобальта, марганца, меди, никеля, готовят перед употреблением разбавлением раствора ЦЕ в 10 раз 1%-ным раствором азотной кислоты.

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

Раствор В<sub>1</sub>, содержащий 0,01 мг/мл ванадия, готовят перед употреблением разбавлением раствора В в 10 раз 1%-ным раствором азотной кислоты.

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

Раствор М<sub>1</sub>, содержащий 0,01 мг/мл меди, готовят перед употреблением разбавлением раствора М в 10 раз 1%-ным раствором азотной кислоты.

Раствор М<sub>2</sub>, содержащий 0,001 мг/мл меди, готовят перед употреблением разбавлением раствора М<sub>1</sub> в 10 раз 1%-ным раствором азотной кислоты.

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

Раствор Т<sub>1</sub>, содержащий 0,01 мг/мл титана, готовят перед употреблением разбавлением раствора Т в 10 раз 1%-ным раствором серной кислоты.

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

Раствор Х<sub>1</sub>, содержащий 0,01 мг/мл хрома, готовят перед употреблением разбавлением раствора Х в 10 раз 1%-ным раствором серной кислоты.

Раствор Х<sub>2</sub>, содержащий 0,001 мг/мл хрома, готовят перед употреблением разбавлением раствора Х<sub>1</sub> в 10 раз 1%-ным раствором серной кислоты.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Приготовление буферной смеси

3.1.1. При определении в окиси лантана примесей ванадия, железа, кобальта, марганца, меди, никеля и хрома буферную смесь, представляющую собой графитовый порошок, содержащий 2% окиси галлия, готовят следующим образом. В стакан вместимостью 100 мл помещают 1,5 г металлического галлия, приливают 80 мл азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают на плитке до полного растворения и упаривают до объема 15—20 мл.

В кварцевую чашку помещают 98 г графитового порошка, 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°C 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 графитовый порошок, содержащий 10% хлористого натрия, готовят перетиранием 90 г графитового порошка с 10 г хлористого натрия в ступке из органического стекла в течение 1 ч.

#### 3.2. Приготовление образцов сравнения (ОС)

3.2.1. Для определения в окиси лантана примесей ванадия, железа, кобальта, марганца, меди, никеля 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 мл 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°C 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°C в течение 30—40 мин. Содержание каждой из определяемых примесей в ОСОЛ-1—ОСОЛ-5 и количество растворов, вводимых в основу, указаны в табл. 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 — двуо-

Таблица 1

Обозначение образца сравнения на основе окиси лантана	Массовая доля, %		Количество добавляемых растворов, мл					
	ванадия, железа, кобальта, марганца, никеля	меди, хрома	Л	Л <sub>1</sub>	М <sub>1</sub>	М <sub>2</sub>	Х <sub>1</sub>	Х <sub>2</sub>
ОСОЛ1	1·10 <sup>-3</sup>	2·10 <sup>-4</sup>	3	—	6	—	6	—
ОСОЛ2	5·10 <sup>-4</sup>	1·10 <sup>-4</sup>	1,5	—	3	—	3	—
ОСОЛ3	2·10 <sup>-4</sup>	5·10 <sup>-5</sup>	—	6	1,5	—	1,5	—
ОСОЛ4	1·10 <sup>-4</sup>	2·10 <sup>-5</sup>	—	3	—	6	—	6
ОСОЛ5	5·10 <sup>-5</sup>	1·10 <sup>-5</sup>	—	1,5	—	3	—	3

киси церия, чистой по определяемым примесям, помещают в стакан вместимостью 600 мл, смачивают водой, добавляют 200 мл азотной кислоты (1:1), растворяют при нагревании на плитке, добавляя постепенно 120 мл пергидроля, переводят в платиновую чашку и вводят рассчитанное количество соответствующих растворов (см. табл. 2).

Таблица 2

Обозначение образца сравнения на основе двуокиси церия	Массовая доля каждой определяемой примеси, %	Количество добавляемых растворов, мл			
		ЦЕ	Ц <sub>1</sub>	Х	Х <sub>1</sub>
ОСОЦ1	1·10 <sup>-3</sup>	3	—	3	—
ОСОЦ2	5·10 <sup>-4</sup>	1,5	—	1,5	—
ОСОЦ3	2·10 <sup>-4</sup>	—	6	—	6
ОСОЦ4	1·10 <sup>-4</sup>	—	3	—	3
ОСОЦ5	5·10 <sup>-5</sup>	—	1,5	—	1,5

Далее поступают как указано в п. 3.2.1.

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

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 мл 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. Со-

Таблица 3

Обозначение образца	Массовая доля, %		Количества добавляемых растворов, мл			
	ванадия	титана	В	В <sub>1</sub>	Т	Т <sub>1</sub>
ОСОЦ <sub>вт</sub> 1	5·10 <sup>-3</sup>	1·10 <sup>-3</sup>	10	—	2	—
ОСОЦ <sub>вт</sub> 2	2·10 <sup>-3</sup>	5·10 <sup>-4</sup>	4	—	1	—
ОСОЦ <sub>вт</sub> 3	1·10 <sup>-3</sup>	2·10 <sup>-4</sup>	2	—	—	4
ОСОЦ <sub>вт</sub> 4	5·10 <sup>-4</sup>	1·10 <sup>-4</sup>	1	—	—	2
ОСОЦ <sub>вт</sub> 5	2·10 <sup>-4</sup>	5·10 <sup>-5</sup>	—	4	—	1

держание каждой из определяемых примесей в ОСОЕ 1—ОСОЕ 5 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 X, мл
ОСОЕ1	1·10 <sup>-2</sup>	20
ОСОЕ2	5·10 <sup>-3</sup>	10
ОСОЕ3	2·10 <sup>-3</sup>	4
ОСОЕ4	1·10 <sup>-3</sup>	2
ОСОЕ5	5·10 <sup>-4</sup>	1

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.

Содержания каждой из определяемых примесей, указанные в табл. 1—4, даны в расчете на содержание соответствующего металла в смеси металлов и соответствующей основы — окиси РЗЭ.

#### 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 графитового порошка 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

Таблица 5

Основа	Примеси	Электроды		Решетка, шт/мм	Ширина щели, мкм	Область длины волн, нм	Ток	Сила тока, А	Межаэлектродный промежуток, мм	Зажигание дуги	Время экспози- ции, с
		нижний	верх- ний								
Оксид лантана	Ванадий, желе- зо, кобальт, мар- ганец, никель, медь, хром	I (анод)	IV (ка- тод)	1200	20	275,0—320,0	Постоянный	15—16	4	Разведением сомкнутых электродов	60
		II (анод)	V (ка- тод)	1200	23	275,0—320,0	Постоянный	20—21	4	—	30
		II (анод)	VI (ка- тод)	2400	23	300,0—320,0	Постоянный	18	3	Предварительное объяснение 20 с	20+100
Оксид европия	Железо, кобальт, медь, марганец, никель, хром	III	V	1200	15	275,0—320,0	Переменный	10	1,5	Разведением сомкнутых электродов	120



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 графитового порошка. Кратеры пяти электродов II заполняют полученной смесью (п. 4.1).

4.3. Заполнение электродов при анализе окиси европия

Навеску анализируемой пробы (стандартного образца или основы) массой 200 мг смешивают с 200 мг графитового порошка. Полученной смесью заполняют кратеры трех электродов III и кратеры трех электродов V (п. 4.1).

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.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

Таблица 6

Определяемый элемент	Длины волн аналитических линий, 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

Определяемый элемент	Длины волн аналитических линий, нм	Анализируемый материал
Кобальт	304,401	Окиси лантана и европия
	345,350	Окись церия
Марганец	279,487	Окись церия
	280,108	Окись лантана
	293,930	Окись европия
Медь	327,396	Окиси лантана, церия и европия
	300,249	Окиси лантана и европия
Никель	305,062	Окись церия
	308,803	Окись церия
Хром	302,157	Окиси лантана, церия и европия

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

Расхождения наибольшего и наименьшего результатов двух параллельных, а также расхождения результатов двух анализов не должны превышать величин допускаемых расхождений, указанных в табл. 7.

5.3. Если в спектрах основы образцов сравнения имеется слабая линия определяемого элемента, то при построении градуировочного графика вносят поправку на содержание определяемого элемента в основе образцов сравнения. Внесение поправки допустимо при условии непревышения содержания определяемого элемента в основе образцов сравнения, установленного для метода нижнего предела диапазона определяемых содержаний.

Получив откорректированный график, поступают, как указано в пп. 5.2 и 5.3.

5.4. При контроле воспроизводимости параллельных определений из всех значений аналитических параметров, полученных по всем спектрограммам пробы, выбирают наибольшее и наименьшее значение  $\Delta S_6$  и  $\Delta S_m$  и находят по градуировочному графику значения  $C_6$  и  $C_m$  — наибольший и наименьший результаты па-

раллельных определений примесей в пробе. Расхождения между ними (отношение большего к меньшему) не должны превышать величин допускаемых расхождений, указанных в табл. 7.

Таблица 7

Основа	Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения
Окись лантана	Ванадий	$5 \cdot 10^{-5}$	2,8
		$1 \cdot 10^{-4}$	1,7
	Железо	$5 \cdot 10^{-4}$	1,7
		$1 \cdot 10^{-4}$	3,0
	Кобальт	$3 \cdot 10^{-4}$	1,9
		$1 \cdot 10^{-3}$	1,8
	Марганец	$5 \cdot 10^{-5}$	2,7
		$1 \cdot 10^{-4}$	1,8
	Медь	$5 \cdot 10^{-4}$	1,8
		$1 \cdot 10^{-5}$	3,2
	Никель	$5 \cdot 10^{-5}$	2,7
		$1 \cdot 10^{-4}$	2,7
	Хром	$5 \cdot 10^{-5}$	2,6
		$1 \cdot 10^{-4}$	1,9
Двуокись церия	Ванадий	$5 \cdot 10^{-4}$	1,8
		$1 \cdot 10^{-3}$	2,4
	Железо	$5 \cdot 10^{-3}$	1,6
		$3 \cdot 10^{-4}$	3,0
	Кобальт	$1 \cdot 10^{-3}$	2,8
		$5 \cdot 10^{-5}$	2,5
	Марганец	$1 \cdot 10^{-4}$	2,4
		$2 \cdot 10^{-4}$	2,3
	Медь	$5 \cdot 10^{-5}$	3,7
		$1 \cdot 10^{-4}$	3,0
	Никель	$2 \cdot 10^{-4}$	2,9
		$5 \cdot 10^{-5}$	3,2
	Титан	$5 \cdot 10^{-5}$	2,6
		$1 \cdot 10^{-4}$	2,4
Хром	$2 \cdot 10^{-4}$	2,4	
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,4	
	$5 \cdot 10^{-4}$	1,8	
	$1 \cdot 10^{-3}$	1,6	
	$5 \cdot 10^{-5}$	3,1	
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,7	
	$2 \cdot 10^{-4}$	2,7	

Основа	Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения
Оксид европия	Железо	$1 \cdot 10^{-3}$	3,4
		$5 \cdot 10^{-3}$	2,7
	Кобальт	$1 \cdot 10^{-2}$	2,5
		$5 \cdot 10^{-4}$	2,8
		$1 \cdot 10^{-3}$	2,5
	Марганец	$1 \cdot 10^{-2}$	1,8
		$5 \cdot 10^{-4}$	3,1
		$1 \cdot 10^{-3}$	2,5
	Медь	$2 \cdot 10^{-3}$	2,3
		$5 \cdot 10^{-4}$	2,9
		$1 \cdot 10^{-3}$	2,3
	Никель	$2 \cdot 10^{-3}$	2,0
		$5 \cdot 10^{-4}$	3,2
		$1 \cdot 10^{-3}$	2,6
Хром	$2 \cdot 10^{-3}$	2,1	
	$5 \cdot 10^{-4}$	3,3	
	$1 \cdot 10^{-3}$	2,9	
		$1 \cdot 10^{-2}$	1,9

Изменение № 2 ГОСТ 23862.5—79 Лантан, церий, европий и их окиси. Спектральный метод определения ванадия, железа, кобальта, марганца, меди, никеля, титана и хрома

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 17.05.90 № 1203

Дата введения 01.01.91

Наименование стандарта изложить в новой редакции:

«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».

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «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»;

третий абзац. Интервалы определяемых массовых долей примесей в окиси европия изложить в новой редакции:

«в окиси европия:

железа	от $1 \cdot 10^{-3}$	до $1 \cdot 10^{-2}$ %
кобальта	от $5 \cdot 10^{-4}$	до $1 \cdot 10^{-2}$ %
кремния	от $5 \cdot 10^{-3}$	до $5 \cdot 10^{-2}$ %
марганца	от $5 \cdot 10^{-4}$	до $2 \cdot 10^{-3}$ %
меди	от $5 \cdot 10^{-4}$	до $2 \cdot 10^{-3}$ %
никеля	от $5 \cdot 10^{-4}$	до $2 \cdot 10^{-3}$ %
хрома	от $1 \cdot 10^{-3}$	до $1 \cdot 10^{-2}$ %
цинка	от $5 \cdot 10^{-3}$	до $5 \cdot 10^{-2}$ % »;

дополнить абзацами:

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

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

в окиси лютеция:

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

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

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

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

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

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

в окиси иттрия:

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

кобальта от  $5 \cdot 10^{-6}$  до  $1 \cdot 10^{-4}$  %

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

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

циркония от  $5 \cdot 10^{-4}$  до  $1 \cdot 10^{-2}$  % ».

Раздел 2. Девятый абзац. Заменить значение: 1000 °С на 1200 °С;

пятнадцатый абзац изложить в новой редакции: «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  $15^\circ$  и с площадкой 1,5 мм (X)»;

после слов «Чашки платиновые» дополнить абзацем: «Тигли платиновые»;  
после слов «Натрий хлористый ОСЧ 6—4» дополнить абзацами: «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—73.

Свинец.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Циркония двуокись, х.ч.

Сера, ч.д.а.»;

после слов «Окиси лантана, церия, европия» дополнить словами: «гадолиния, лютеция, иттрия»;

заменить слова: «кобальта, марганца, меди и никеля» на «кальция, кобальта, магния, марганца, меди, никеля, свинца и цинка»;

после абзаца «Раствор Ц1» дополнить абзацами:

«Раствор запасной, содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> 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 по-

дают в платиновую чашку (предварительно обмыв дно тигля), добавляют 60 см<sup>3</sup> воды, нагревают до полного растворения, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки, быстро перемешивают и переливают в полиэтиленовую банку.

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

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

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

дополнить абзацами: «Раствор Ка, содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> Са, готовят перед употреблением разбавлением запасного раствора в 10 раз раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %.

Раствор Ка1, содержащий 0,01 мг/см<sup>3</sup> Са, готовят перед употреблением разбавлением раствора Ка в 10 раз раствором азотной кислоты с массовой долей

Раствор Ко, содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> Со, готовят перед употреблением разбавлением раствора Ко в 10 раз раствором азотной кислоты с массовой долей

Раствор  $\text{K}_2\text{O}$ , содержащий  $0,001 \text{ мг/см}^3$   $\text{Co}$ , готовят перед употреблением разбавлением раствора  $\text{K}_2\text{O}$  в 10 раз раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %»;

заменить ссылки: ГОСТ 11125—78 на ГОСТ 11125—84, ГОСТ 18300—72 на СТ 18300—87, ГОСТ 13610—68 на ГОСТ 13610—79.

Пункт 3.1 дополнить пунктом — 3.1.3: «3.1.3. При определении в окиси европия примесей кремния, железа, меди и цинка буферную смесь, представляющую собой графит порошковый, содержащий 2 % серы, готовят перетирированием графита порошкового с 2 г серы в ступке из органического стекла в течение 1,5—2 ч».

Пункт 3.2.4 дополнить пунктом — 3.2.4.1: «3.2.4.1. Для определения в окиси европия примесей кремния, железа, меди и цинка каждый образец сравнения (СОЕ) готовят следующим образом: 20 г окиси европия помещают в платиновую чашку, далее поступают, как указано в п. 3.2.4. Содержание каждой из названных примесей в СОЕ 6—СОЕ 10 и количество растворов, вводимых в пробу, указано в табл. 4а.

Таблица 4а

Обозначение образца на основе европия	Массовая доля, %		Количество добавляемых растворов, $\text{см}^3$	
	железа, меди	кремния, цинка	Е	запасных цинка и кремния
ОЕ6	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-1}$	20	20
ОЕ7	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-2}$	10	10
ОЕ8	$2 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	4	4
ОЕ9	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	2	2
ОЕ10	$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	1	1

Пункт 3.2 дополнить пунктами — 3.2.7—3.2.11: «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  $60\text{—}70 \text{ см}^3$  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, $\text{см}^3$	
			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<sup>3</sup> 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.

Т а б л и ц а 4в

Обозначение образца на основе лютеция	Массовая доля каждой определяемой примеси, %	Количество добавляемых растворов ЛЮ, Т и Х, см <sup>3</sup>
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<sup>3</sup> 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.

Т а б л и ц а 4г

Обозначение образца	Массовая доля магния и свинца, %	Количество добавляемого раствора И, см <sup>3</sup>
ОИ1	$5 \cdot 10^{-3}$	10
ОИ2	$2 \cdot 10^{-3}$	4
ОИ3	$1 \cdot 10^{-3}$	2
ОИ4	$5 \cdot 10^{-4}$	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<sup>3</sup> 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 ОСОИКо 1 — ОСОИКо 5 и количество растворов, вводимых в основу, приведены в табл. 4д.

Т а б л и ц а 4д

Обозначение образца сравнения	Массовая доля кобальта, %	Количество добавляемых растворов, см <sup>3</sup>	
		Ко1	Ко2
ОИКо1	$1 \cdot 10^{-4}$	2	—
ОИКо2	$5 \cdot 10^{-5}$	1	—
ОИКо3	$2 \cdot 10^{-5}$	—	4
ОИКо4	$1 \cdot 10^{-5}$	—	2
ОИКо5	$5 \cdot 10^{-6}$	—	1



3.2.11. Для определения в окиси иттрия примеси циркония образцы сравнения готовят смешиванием окиси иттрия с двуокисью циркония. Головной образец (ГОСОИЦ), содержащий 10 % циркония, готовят смешиванием 135 мг окиси циркония с 865 мг окиси иттрия в ступке из органического стекла. Её тщательно перетирают в течение 1 ч, добавляя спирт для поддержания идеального состояния массы, высушивают в сушильном шкафу при 100—100 °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.

Т а б л и ц а 4е

Обозначение образца	Массовая доля циркония, %	Масса навесок, г	
		окиси иттрия	предыдущего образца (в скобках указано его обозначение)
ГОИЦ1	1,0	0,900	0,100 (ГОСОИЦ)
ГОИЦ2	$1 \cdot 10^{-1}$	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)

Пункт 4.3 изложить в новой редакции: «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 графита порошкового.

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)».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.3а — 4.3в: «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 графита порошкового. Кратеры шести электродов VIII заполняют полученной смесью (п. 4.1).

4.3б. Заполнение электродов при анализе окиси лутеция

Навеску анализируемой пробы (образца сравнения или основы) массой 50 мг смешивают с 50 мг графита порошкового. 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 графита порошкового. 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)».

Пункт 4.4. Таблицу 5 изложить в новой редакции:

Основа	Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения	
Смесь лютенция	Никель	$5 \cdot 10^{-4}$	2,0	
		$5 \cdot 10^{-3}$	2,0	
	Хром	$5 \cdot 10^{-4}$	2,0	
		$5 \cdot 10^{-3}$	2,0	
	Кобальт	$5 \cdot 10^{-6}$	3,0	
		$1 \cdot 10^{-5}$	2,0	
	Магний	$1 \cdot 10^{-4}$	2,0	
		$5 \cdot 10^{-4}$	2,0	
	Свинец	$5 \cdot 10^{-3}$	2,0	
		$5 \cdot 10^{-4}$	2,0	
	Цирконий	$5 \cdot 10^{-3}$	2,0	
		$5 \cdot 10^{-4}$	2,0	
			$5 \cdot 10^{-3}$	2,0

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.5:

«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 150 мг основы, далее проводят анализ, как указано в пп. 4.1, 4.4, 5.1, 5.2, 5.3, 5.4. Результат анализа ( $S_{ан}$ ) считают правильным, если отношение значений  $S_{ан}$  и

$S_{ат}$  (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, 5.2, 5.3, 5.4. Результат анализа ( $S_{ан}$ ) считают правильным,

если отношение значений  $S_{ан}$  и  $\frac{1}{5} S_{ат}$  (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 200 мг смешивают с 2 мг серы и 200 мг основы. Далее проводят анализ, как указано в пп. 4.3.3, 4.7, 5.1, 5.2, 5.3, 5.4.

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

Таблица 5

Основа	Примеси	Электроды		Решетка шт/мм	Ширина щели спектрогра- фа, мм	Область длин волн, нм	Ток	Сила тока, А	Межэлект- родный про- родный про- ток, мм	Зажигание дуги	Время экспози- ции, с
		нижний	верхний								
Оксид лантана	Ванадий, желе- зо, кобальт, мар- ганец, никель, медь, хром,	I (анод)	V (катод)	1200	20	275,0—320,0	Посто- янный	15—16	4	Разведением сомкнутых элект- родов	60
	Железо, кобальт, марганец, медь, никель, хром	II (анод)	VII (катод)	1200	23	275,0—320,0	Посто- янный	20—21	4	—	30
Оксид евро- пия	Ванадий, титан	II (анод)	V (катод)	2400	23	300,0—320,0	Посто- янный	18	3	Предварительное объскривание 20 с Разведением сомкнутых элект- родов	20+100
	Железо, кобальт, медь, марганец, никель, хром	III (анод)	V (катод)	1200	15	275,0—320,0	Пере- менный	10	1,5	—	120
Оксид га- долиния, иттрия	Кремний, желе- зо, медь, цинк	III (анод)	V (катод)	1200	15	285,0—335,0	Пере- менный	12	1,2	—	45
	Кальций	VIII (анод)	VIII (катод)	1200	15	390,0—425,0	Пере- менный	12	2	Предваритель- ное объскрива- ние 10 с	10+20
Оксид люте- ция	Кобальт, марга- нец, медь, никель, титан, хром	IX (анод)	X (катод)	600	15	250,0—330,0	Посто- янный	12	4	—	60
	Магний, свинец	VIII (анод)	VIII (катод)	1200	20	250,0—300,0	Посто- янный	15	2	—	60
Иттрия	Кобальт	IV (анод)	VIII (катод)	1200	10—12	340,0—350,0	Посто- янный	18—19	2	—	15
	Цирконий	V (анод)	X (катод)	1200	15	330,0—350,0	Посто- янный	17—18	2	Предваритель- ное объскривание 20 с	20—100

Пункт 5.1. Таблицу 6 изложить в новой редакции:

Таблица 6

Определяемый элемент	Длины волн аналитических линий, нм	Анализируемый материал
Ванадий	305,633	Окись церия
	318,540	Окись лантана
Железо	296,690	Окись лантана
	302,064	Окись церия
Кальций	302,107	Окись европия
	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
Медь	293,930	Окись европия
	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

Пункт 5.4. Таблицу 7 дополнить данными:

Основа	Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения
Окись европия	Кремний	$5 \cdot 10^{-3}$	3,0
		$2 \cdot 10^{-2}$	2,0
		$5 \cdot 10^{-2}$	2,0
	Цинк	$5 \cdot 10^{-3}$	3,0
		$2 \cdot 10^{-2}$	2,0
		$5 \cdot 10^{-2}$	2,0
Окиси гадолиния и иттрия	Кальций	$1 \cdot 10^{-4}$	3,0
		$3 \cdot 10^{-4}$	3,0
		$1 \cdot 10^{-3}$	2,0
		$3 \cdot 10^{-3}$	2,0
Окись лютеция	Кобальт	$5 \cdot 10^{-4}$	2,0
		$5 \cdot 10^{-3}$	2,0
	Марганец	$5 \cdot 10^{-4}$	2,0
		$5 \cdot 10^{-3}$	2,0
	Медь	$5 \cdot 10^{-4}$	2,0
		$5 \cdot 10^{-3}$	2,0

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, 5.2, 5.3, 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, 5.2, 5.3, 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».