

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

МКС 77.120.99

ОКСТУ 1709

ГОСТ  
23862.5—79

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  $5 \cdot 10^{-4}$  %  
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  $5 \cdot 10^{-4}$  %  
титана от  $5 \cdot 10^{-5}$  % до  $5 \cdot 10^{-4}$  %  
хрома от  $1 \cdot 10^{-5}$  % до  $1 \cdot 10^{-4}$  %

в дioxокиси 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  $1 \cdot 10^{-2}$  %  
кремния от  $5 \cdot 10^{-3}$  % до  $5 \cdot 10^{-2}$  %  
марганца от  $5 \cdot 10^{-4}$  % до  $2 \cdot 10^{-3}$  %

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

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

## **С. 2 ГОСТ 23862.5—79**

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  $5 \cdot 10^{-2}$  %

в о к и с и г а д о л и н и я (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 о к и с и л ю т е ц и я:

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 о к и с и и т т р и я:

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  $1 \cdot 10^{-2}$  %.

**(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.

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

Чашки кварцевые вместимостью 200 см<sup>3</sup>.

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 ректифицированный 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 Mp0 или Mp00 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.

Оксиды лантана, церия, европия, гадолиния, лютения, иттрия, чистые по определяемым примесям.

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

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

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

## **С. 4 ГОСТ 23862.5—79**

Раствор Ц1, содержащий по  $0,01 \text{ мг}/\text{см}^3$  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  $1 \text{ мг}/\text{см}^3$  кремния: 214 мг двуокиси кремния помещают в платиновый тигель, добавляют 3 г углекислого натрия и сплавляют в муфельной печи при температуре  $1200^\circ\text{C}$ . После охлаждения тигель помещают в платиновую чашку (предварительно обмыв дно тигля), добавляют 50—60  $\text{см}^3$  воды, нагревают до полного растворения, переводят в мерную колбу вместимостью 100  $\text{см}^3$ , доводят водой до метки, быстро перемешивают и переливают в полиэтиленовую банку.

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

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

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

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

Раствор В<sub>1</sub>, содержащий  $0,01 \text{ мг}/\text{см}^3$  ванадия, готовят перед употреблением разбавлением раствора В в 10 раз 1 %-ным раствором азотной кислоты.

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

Раствор М<sub>1</sub>, содержащий  $0,01 \text{ мг}/\text{см}^3$  меди, готовят перед употреблением разбавлением раствора М в 10 раз 1 %-ным раствором азотной кислоты.

Раствор М<sub>2</sub>, содержащий  $0,001 \text{ мг}/\text{см}^3$  меди, готовят перед употреблением разбавлением раствора М<sub>1</sub> в 10 раз 1 %-ным раствором азотной кислоты.

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

Раствор Т<sub>1</sub>, содержащий  $0,01 \text{ мг}/\text{см}^3$  титана, готовят перед употреблением разбавлением раствора Т в 10 раз 1 %-ным раствором серной кислоты.

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

Раствор Х<sub>1</sub>, содержащий  $0,01 \text{ мг}/\text{см}^3$  хрома, готовят перед употреблением разбавлением раствора Х в 10 раз 1 %-ным раствором серной кислоты.

Раствор Х<sub>2</sub>, содержащий  $0,001 \text{ мг}/\text{см}^3$  хрома, готовят перед употреблением разбавлением раствора Х<sub>1</sub> в 10 раз 1 %-ным раствором серной кислоты.

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

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

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

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

Раствор Ко2, содержащий  $0,001 \text{ мг}/\text{см}^3$  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<sup>3</sup> помещают 1,5 г металлического галлия, приливают 80 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают на плитке до полного растворения и упаривают до объема 15—20 см<sup>3</sup>.

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. Высушеннную 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<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>							
	ванадия, железа, кобальта, марганца, титана, никеля	меди, хрома	Л	Л <sub>1</sub>	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	Т	T <sub>1</sub>
ОСОЛ1	1 · 10 <sup>-3</sup>	2 · 10 <sup>-4</sup>	3	—	6	—	6	—	3	—
ОСОЛ2	5 · 10 <sup>-4</sup>	1 · 10 <sup>-4</sup>	1,5	—	3	—	3	—	1,5	—
ОСОЛ3	2 · 10 <sup>-4</sup>	5 · 10 <sup>-5</sup>	—	6	1,5	—	1,5	—	—	6
ОСОЛ4	1 · 10 <sup>-4</sup>	2 · 10 <sup>-5</sup>	—	3	—	6	—	6	—	3
ОСОЛ5	5 · 10 <sup>-5</sup>	1 · 10 <sup>-5</sup>	—	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<sup>3</sup>, смачивают водой, добавляют 200 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1 : 1), растворяют при нагревании на плитке, добавляя постепенно 120 см<sup>3</sup> пергидроля, переводят в платиновую чашку и вводят рассчитанное количество соответствующих растворов (см. табл. 2).

Далее поступают как указано в п. 3.2.1.

**С. 6 ГОСТ 23862.5—79**

Таблица 2

Обозначение образца сравнения на основе двуокиси церия	Массовая доля каждой определяемой примеси, %	Количество добавляемых растворов, см <sup>3</sup>			
		ЦЕ	Ц <sub>1</sub>	X	X <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

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 см<sup>3</sup>. Далее поступают, как указано в п. 3.2.2, используя 150 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, 80 см<sup>3</sup> пергидроля, а также растворы, указанные в табл. 3.

Таблица 3

Обозначение образца	Массовая доля, %		Количество добавляемых растворов, см <sup>3</sup>			
	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

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<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>
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

3.2.4.1. 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 <sup>3</sup>	
	железа, меди	кремния, цинка	E	запасных цинка и кремния
OCOE6	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-1}$	20	20
OCOE7	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-2}$	10	10
OCOE8	$2 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	4	4
OCOE9	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	2	2
OCOE10	$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	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<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>	
			Ka	Ka1
OCOKaГ1	Окись гадолиния	$3 \cdot 10^{-3}$	3	—
OCOKaГ2	Окись гадолиния	$1 \cdot 10^{-3}$	—	—
OCOKaИ2	Окись иттрия	$1 \cdot 10^{-3}$	1	—
OCOKaГ3	Окись гадолиния	$5 \cdot 10^{-4}$	—	5
OCOKaИ3	Окись иттрия	$3 \cdot 10^{-4}$	—	3
OCOKaГ4	Окись гадолиния	$2 \cdot 10^{-4}$	—	2
OCOKaИ5	Окись иттрия	$1 \cdot 10^{-4}$	—	1

3.2.8. Для определения в окиси лютения примесей кобальта, марганца, меди, никеля, титана и хрома каждый образец сравнения (ОСОЛю) готовят следующим образом: 20 г окиси лютения 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.

**С. 8 ГОСТ 23862.5—79**

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>
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<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 ОСОИКо1 — ОСОИКо5 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
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 поверху 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 лютения

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).

## С. 10 ГОСТ 23862.5—79

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.

Т а б л и ц а 5

Основа	Примеси	Электроды		Решетка штр/мм	Ширина щели спектрографа, мкм	Область длин волн, нм	Ток	Сила тока, А	Межэлектрод- ный промежу- ток, мм	Зажигание дуги	Время экспо- зиции, с
		ниж- ний	верх- ний								
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 Ванадий, титан	II (анод)	VII (катод)	1200	23	275,0—320,0	Постоянный	20—21	4	—	30
Окись европия	Железо, кобальт, медь, марганец, никель, хром Кремний, железо, медь, цинк	III (анод)	V (катод)	2400	23	300,0—320,0	Постоянный	18	3	Предварительное обыскривание 20 с	20+100
Окись гадолиния, иттрия	Кальций	III (анод)	VIII (катод)	1200	15	275,0—320,0	Переменный Переменный	10	1,5	Разведением сомкнутых электродов	120
Окись иттрия	Кобальт, марганец, медь, никель, титан, хром	VIII (анод)	X (катод)	600	15	250,0—330,0	Постоянный	12	4	Предварительное обыскривание 10 с	45
Окись лютеция	Магний, свинец	VIII (анод)	VIII (катод)	1200	20	250,0—300,0	Постоянный	15	2	—	60
Окись иттрия	Кобальт	IV (анод)	VIII (катод)	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  $S_{\text{л}}$  (табл. 6) и близлежащего фона  $S_{\Phi}$  и вычисляют разность почернений  $\Delta S = S_{\text{л}} - S_{\Phi}$ . По всем параллельным значениям  $\Delta S$ , полученным по спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднеарифметическое значение  $\bar{\Delta S}$ .

Т а б л и ц а 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
Кальций	302,107	Окись европия
	393,3	Окись иттрия
Кобальт	396,8	Оксиси гадолиния и иттрия
	422,6	Окись гадолиния
Кремний	304,401	Оксиси лантана, церия, европия и лютеция
	345,350	Оксиси церия и иттрия
Магний	288,16	Окись европия
Марганец	279,5	Окись иттрия
Медь	279,487	Окись церия
	280,108	Оксиси лантана, церия и лютеция
Никель	293,930	Окись европия
	324,754	Оксиси лантана, церия, европия и лютеция
Титан	327,396	Оксиси церия и европия
	300,249	Оксиси лантана и европия
Хром	305,062	Оксиси церия и лютеция
	308,803	Окись церия
Цинк	323,452	Оксиси лантана и лютеция
	302,157	Оксиси лантана, церия и европия
Цирконий	302,067	Окись лютеция
	334,55	Окись европия
	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  $\Delta S$  для образцов сравнения, строят градуировочный график в координатах  $(\lg C, \bar{\Delta S})$ . По этим графикам по значениям  $\Delta S$  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  $\Delta S_b$  и  $\Delta S_m$  и находят по градуировочному графику значения  $C_b$  и  $C_m$  — 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.

**С. 12 ГОСТ 23862.5—79**

Т а б л и ц а 7

Основа	Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение	Основа	Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение
Окись лантанана	Ванадий	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$	2,8 1,7 1,7	Окись европия	Хром	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $2 \cdot 10^{-4}$	3,1 2,7 2,7
	Железо	$1 \cdot 10^{-4}$ $3 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	3,0 1,9 1,8		Железо	$1 \cdot 10^{-3}$ $5 \cdot 10^{-3}$ $1 \cdot 10^{-2}$	3,4 2,7 2,5
	Кобальт	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$	2,7 1,8 1,8		Кобальт	$5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $1 \cdot 10^{-2}$	2,8 2,5 1,8
	Марганец	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$	2,9 1,8 1,8		Марганец	$5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $2 \cdot 10^{-3}$	3,1 2,5 2,3
	Медь	$1 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$	3,2 2,7 2,7		Медь	$5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $2 \cdot 10^{-3}$	2,9 2,3 2,0
	Никель	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$	2,6 1,9 1,8		Кремний	$5 \cdot 10^{-3}$ $2 \cdot 10^{-2}$ $5 \cdot 10^{-2}$	3,0 2,0 2,0
	Титан	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-4}$	2,5 1,9 1,8		Цинк	$5 \cdot 10^{-3}$ $2 \cdot 10^{-2}$ $5 \cdot 10^{-2}$	3,0 2,0 2,0
	Хром	$1 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$	3,1 2,7 2,7		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
Двухокись церия	Ванадий	$5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,4 1,8 1,6	Окись лютения	Кобальт	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0
	Железо	$3 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	3,0 2,8		Марганец	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0
	Кобальт	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	2,5 2,4 2,4		Медь	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0
	Марганец	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	3,7 3,0 2,4		Никель	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0
	Медь	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	3,2 3,0 3,0		Хром	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$	2,0 2,0
	Никель	$5 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	2,6 2,4 2,4		Кобальт	$5 \cdot 10^{-6}$ $1 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-4}$	3,0 2,0 2,0
	Титан	$5 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-4}$ $1 \cdot 10^{-3}$	2,8 2,0 1,8		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 ( $C_{\text{ан}}$ ) считают правильным, если отношение значений  $C_{\text{ан}}$  и  $\frac{1}{2} C_{\text{ат}}$  (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 ( $C_{\text{ан}}$ ) считают правильным, если отношение значений  $C_{\text{ан}}$  и  $\frac{1}{5} C_{\text{ат}}$  (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 ( $C_{\text{ан}}$ ) считают правильным, если отношение значений  $C_{\text{ан}}$  и  $C_{\text{ат}}$  (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 ( $C_{\text{ан}}$ ) считают правильным, если отношение значений  $C_{\text{ан}}$  и  $C_{\text{ат}}$  (вычисляют отношение большего значения к меньшему) удовлетворяет условию п. 18 ГОСТ 23862.0—79.

5.5.5. При анализе окиси лютения 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 ( $C_{\text{ан}}$ ) считают правильным, если отношение значений  $C_{\text{ан}}$  и  $C_{\text{ат}}$  (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 ( $C_{\text{ан}}$ ) считают правильным, если отношение значений  $C_{\text{ан}}$  и  $C_{\text{ат}}$  (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 ( $C_{\text{ан}}$ ) считают правильным, если отношение значений  $C_{\text{ан}}$  и  $\frac{1}{2} C_{\text{ат}}$  (вычисляют отношение большего значения к меньшему) удовлетворяет условию п. 18 ГОСТ 23862.0—79.

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