

Изменение № 2 ГОСТ 23862.2—79 Редкоземельные металлы и их окиси. Прямой спектральный метод определения примесей окисей редкоземельных элементов

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

Вводная часть. Интервал определяемых массовых долей примесей в окиси лантана изложить в новой редакции:

«в окиси лантана:

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

Раздел 2. Тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «Электроды, заточенные из углей спектральных ОСЧ 7—3 диаметром 6 мм, следующих типов:

электроды с кратером глубиной 1,5 мм, диаметром 2,4 мм, толщиной стенок 1 мм (I); с кратером, глубиной 3 мм, диаметром 4 мм (II);

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

глубиной кратера 2 мм (III);

глубиной кратера 3 мм (IV);

Электроды с высотой заточенной части 10 мм и кратером: глубиной 2 мм, диаметром 2 мм, толщиной стенок 1 мм (V); глубиной 3 мм, диаметром 2 мм, толщиной стенок 1 мм (VI); глубиной 3 мм, диаметром 2 мм, толщиной стенок 0,7—0,8 мм (VII); глубиной 4 мм, диаметром 1,5 мм, толщиной стенок 0,7—0,8 мм (VIII) глубиной 4 мм, диаметром 2 мм (IX).

Электроды, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 1 мм (X);

после слов «Цезий хлористый» дополнить абзацами: «Натрий хлористый ОСЧ-6—4 по ГОСТ 4233—77.

Буферная смесь 1 — графит порошковый, содержащий 6 % хлористого натрия: 6 г хлористого натрия смешивают с 94 г графита порошкового в ступке из органического стекла, перемешивают в течение 3 ч, добавляют спирт, поддерживая массу в кашцеобразном состоянии. Смесь сушат в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С в течение 4 ч;

таблицу 1 дополнить номером раствора 22В (после 22Б) и соответствующей массовой долей:

Номера рабочих растворов	Состав рабочего раствора	
	Наименование	Массовая концентрация каждого элемента в расчете на его окись, мг/см ³
22В	Диспрозий, эрбий, иттрий	0,01

Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87, ГОСТ 892—70 на ГОСТ 982—89.

Раздел 3. Таблицу 2 дополнить обозначениями образцов и соответствующими нормами:

Обозначение образца	Массовая доля окисей церия, празеодима, неодима, самария, европия в ООЛ, %	Количество добавляемых рабочих растворов, см ³	
		1А	1Б
ООЛ 6	2·10 ⁻³	—	2
ООЛ 7	1·10 ⁻³	—	1

Таблицу 3 изложить в новой редакции:

Таблица 3

Обозначение образца	Массовая доля окисей гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, туля, иттербия, лютеция, иттрия в ООЛ, %	Количество добавляемых рабочих растворов, см ³				
		2А	2Б	5А	5Б	22В
ООЛ8	1·10 ⁻¹	10	—	10	—	—
ООЛ9	5·10 ⁻²	5	—	5	—	—
ООЛ10	3·10 ⁻²	3	—	3	—	—
ООЛ11	1·10 ⁻²	—	10	—	10	—
ООЛ12	5·10 ⁻³	—	5	—	5	—
ООЛ13	3·10 ⁻³	—	3	—	3	—
ООЛ14	1·10 ⁻³	—	1	—	1	—
ООЛ15	5·10 ⁻⁴	—	—	—	—	5

Пункт 4.2.1. Первый абзац после слова «электродов» дополнить цифрой: VI; второй абзац исключить.

Пункт 4.2.2. Заменить слова: ООЛ 6—ООЛ 12 на ООЛ 8—ООЛ 14.

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.2.3: «4.2.3. *Определение содержания окисей церия, празеодима, неодима, самария, диспрозия, эрбия.*

Навеску пробы или каждого образца ООЛ1—ООЛ15 (табл. 2 и 3) массой 300 мг смешивают со 150 мг графита порошкового и помещают в кратеры трех нижних электродов IV — анод (см. п. 4.1). В кратеры трех верхних электродов IX — катод (см. п. 4.1) помещают буферную смесь I (см. п. 4.1). Между электродами зажигают дугу постоянного тока силой 16 А. Фотографируют спектр с экспозицией 60 с, расстояние между электродами поддерживают равным 3 мм.

Спектры фотографируют в области длин волн 395,0—435,0 нм с помощью спектрографа ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм (п. 4.1).

Ширина щели спектрографа — 15 мкм. В кассету спектрографа заряжают пластинки СП-2».

Пункт 4.3.1. Первый абзац после слова «электродов» дополнить цифрой: V; второй абзац. Исключить слова: «Размеры электродов: высота заточенной части 10 мм, диаметр кратера 2 мм, глубина 2 мм, внешний диаметр заточенной части 4 мм».

Пункт 4.7.1. Первый абзац после слова «электродов» дополнить словами: «VII— анодов»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Верхний электрод X — катод. Между электродами зажигают дугу постоянного тока 10 А. Фотографируют спектр с экспозицией около 60 с (до полного выгорания). Расстояние между электродами во время экспозиции поддерживают равным 2 мм».

Пункт 4.8.1. Второй абзац. Заменить слова: «Размеры электродов: высота заточенной части 10 мм, диаметр кратера 2 мм, глубина 3 мм, внешний диаметр заточенной части 3,6 мм» на «Размеры электродов по п. 4.7.1».

Пункт 4.10.4 после слова «рюмка» дополнить цифрой: III; исключить слова: «Размеры электродов: диаметр кратера 4 мм, глубина 2 мм, высота «ножки» 2 мм, толщина «ножки» 2 мм».

Пункт 4.10.5. Первый абзац после слова «электродов» дополнить цифрой: VIII;

второй абзац. Исключить слова: «Размеры электродов: высота заточенной части 10 мм, диаметр кратера 1,5 мм, глубина 4 мм, внешний диаметр заточенной части 3 мм».

Пункт 5.1. Таблицу 34 для основы «Оксид лантана» изложить в новой редакции:

Основа	Определяемый элемент	Длины волн аналитических линий, нм	Длины волн линий сравнения (линии элемента-основы), нм	Интервал определяемых массовых долей окисей РЗЭ, %	Условия применения линий
Оксид лантана	Церий	401,239 422,260	400,33 421,93	$1 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$ $1 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$	Может применяться любая из указанных линий церия
	Празеодим	422,298	421,93	$5 \cdot 10^{-3}$ — $5 \cdot 10^{-2}$	Накладывается слабая линия лантана
		400,871	400,33	$3 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$	—
	Неодим	401,225	400,33	$5 \cdot 10^{-3}$ — $3 \cdot 10^{-2}$	Может применяться любая из указанных линий неодима
		430,357	430,54	$5 \cdot 10^{-3}$ — $3 \cdot 10^{-2}$	
		424,737	430,54	$3 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$	
		424,737	фон	$1 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-2}$	
	Самарий	422,065	фон	$1 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-2}$	Может применяться любая из указанных линий самария
		431,895	430,54	$1 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$	
		432,902	431,79	$1 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$	
Европий	397,199	402,00	$5 \cdot 10^{-3}$ — $3 \cdot 10^{-2}$	—	
Гадолиний	335,048	336,16	$3 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-2}$	Может применяться любая из указанных линий гадолиния	
	336,225	336,16	$3 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-2}$		
	335,861	336,16	$5 \cdot 10^{-3}$ — $3 \cdot 10^{-2}$		
	310,050	314,91	$1 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$		
Тербий	332,440	336,16	$5 \cdot 10^{-3}$ — $5 \cdot 10^{-2}$	—	
	321,995	319,36	$1 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$		

Основа	Определяемый элемент	Длины волн аналитических линий, нм	Длины волн линий сравнения (линии элемента-основы), нм	Интервал определяемых массовых долей окисей РЗЭ, %	Условия применения линий
Оксид лантана	Диспрозий	340,779	336,16	$3 \cdot 10^{-3}$ — $3 \cdot 10^{-2}$	—
		330,888	336,16	$1 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$	
		330,879	336,16	$3 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-1}$	
		400,045	400,26 или фон	$5 \cdot 10^{-4}$ — $5 \cdot 10^{-3}$	
	Гольмий	345,600	336,16	$1 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-2}$	—
		341,646	336,16	$5 \cdot 10^{-3}$ — $3 \cdot 10^{-2}$	
		328,197	326,29	$3 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$	
	Эрбий	326,479	326,29	$3 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-2}$	Накладывается слабая линия лантана
400,797		401,37 или фон	$5 \cdot 10^{-4}$ — $5 \cdot 10^{-3}$		
Тулий	322,073	326,29	$3 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$	—	
	313,126	314,91	$1 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-2}$		
	317,281	314,91	$5 \cdot 10^{-3}$ — $3 \cdot 10^{-2}$		
	325,804	326,29	$1 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$		
Иттербий	328,937	327,69	$1 \cdot 10^{-3}$ — $5 \cdot 10^{-3}$	—	
	346,437	346,02	$1 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-2}$		
	303,11	314,91	$1 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$		
Лютеций	331,212	336,16	$3 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-2}$	—	
	328,175	327,69	$5 \cdot 10^{-3}$ — $5 \cdot 10^{-2}$		
	319,813	314,91	$3 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$		
Иттрий	324,228	319,36	$1 \cdot 10^{-3}$ — $1 \cdot 10^{-2}$	Может применяться любая из указанных линий иттрия	
	319,562	319,36	$1 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$		
	320,027	319,36	$1 \cdot 10^{-2}$ — $1 \cdot 10^{-1}$		

Таблица 34. Основа. Оксид гадолиния. Определяемый элемент — Европий. Заменить значение: 390,93 на 290,93.

Пункт 5.3. Таблицу 35 для основы «Оксид лантана» изложить в новой редакции:

Основа	Определяемые примеси	Массовая доля, %	Допускаемые расхо- ждения
Оксид лантана	Двуокись церия	$1 \cdot 10^{-2}$	2,8
		$3 \cdot 10^{-2}$	2,1
	Оксид празеодима	$1 \cdot 10^{-1}$	2,0
		$5 \cdot 10^{-3}$	2,4
	Оксид неодима	$1 \cdot 10^{-2}$	2,4
		$3 \cdot 10^{-2}$	1,9
	Оксид самария	$1 \cdot 10^{-1}$	1,9
		$1 \cdot 10^{-3}$	2,5
	Оксид европия	$5 \cdot 10^{-3}$	2,5
		$2 \cdot 10^{-2}$	1,8
	Оксид гадолиния	$1 \cdot 10^{-1}$	1,8
		$1 \cdot 10^{-2}$	3,1
	Оксид тербия	$3 \cdot 10^{-2}$	2,5
		$1 \cdot 10^{-1}$	2,4
	Оксид диспрозия	$5 \cdot 10^{-3}$	3,0
		$1 \cdot 10^{-2}$	2,1
Оксид гольмия	$3 \cdot 10^{-1}$	2,1	
	$3 \cdot 10^{-3}$	2,5	
Оксид эрбия	$2 \cdot 10^{-2}$	2,2	
	$1 \cdot 10^{-1}$	2,1	
Оксид тулия	$1 \cdot 10^{-3}$	2,7	
	$1 \cdot 10^{-2}$	2,1	
Оксид иттербия	$1 \cdot 10^{-1}$	2,1	
	$5 \cdot 10^{-4}$	2,5	
Оксид лютеция	$3 \cdot 10^{-3}$	2,5	
	$2 \cdot 10^{-2}$	2,2	
Оксид иттрия	$1 \cdot 10^{-1}$	2,1	
	$1 \cdot 10^{-3}$	2,8	
Оксид празеодима	$1 \cdot 10^{-2}$	2,2	
	$1 \cdot 10^{-1}$	2,2	
Оксид неодима	$1 \cdot 10^{-3}$	3,0	
	$1 \cdot 10^{-2}$	2,5	
Оксид европия	$1 \cdot 10^{-1}$	2,4	
	$3 \cdot 10^{-3}$	2,8	
Оксид гадолиния	$2 \cdot 10^{-2}$	2,4	
	$1 \cdot 10^{-1}$	2,2	
Оксид тербия	$1 \cdot 10^{-3}$	2,7	
	$1 \cdot 10^{-2}$	2,2	
Оксид диспрозия	$1 \cdot 10^{-1}$	2,2	
	$5 \cdot 10^{-4}$	3,0	