

к ГОСТ 18184.5—79 Ниобия пятнокись. Методы определения массовой доли окисей алюминия, кальция и железа, двуокисей кремния и титана

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Под наименованием стандарта По всему тексту стандарта	— мл л	ОКСТУ 1709 см <sup>3</sup> дм <sup>3</sup>

(ИУС № 7 1985 г.)

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****НИОБИЯ ПЯТИОКСИСЬ**

**Методы определения массовой доли  
окисей алюминия, кальция и железа,  
двуокисей кремния и титана**

Niobium pentoxide  
Methods for the determination of oxides  
aluminum, calcium and iron, of  
dioxides silicon and titanium

**ГОСТ  
18184.5—79**

Взамен  
**ГОСТ 18184.5—72**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 11 мая 1979 г. № 1695 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.

до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

УДОЛ. ОЛ. 91448Х-85

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает спектральные методы определения массовой доли окисей алюминия, окиси кальция, окиси железа, двуокиси кремния, двуокиси титана.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1 Общие требования — по ГОСТ 18184.0—79

### 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ОКИСЕЙ АЛЮМИНИЯ, КАЛЬЦИЯ И ЖЕЛЕЗА, ДВУОКИСЕЙ КРЕМНИЯ И ТИТАНА

(при массовой доле окисей алюминия и кальция,  
двуокисей кремния и титана от 0,03 до 0,2%,  
окиси железа от 0,03 до 0,4%)

#### 2.1. Сущность метода

Метод основан на зависимости интенсивности спектральной линии алюминия, кальция, железа, кремния или титана от содержания окислов этих элементов в пробе пятиокиси ниобия при возбуждении спектра этих элементов в конденсированной искре.

#### 2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8, с решеткой 1200 шт/мм (комплектная установка с универсальным штативом) или другой аналогичный прибор.

Генератор искровой типа ИГ-3.

Микрофотометр типа МФ-2 или другой аналогичный прибор.

Весы аналитические.

Весы торсионные типа ВТ-500 или весы аналогичного типа.

Станок для заточки графитовых электродов.

Пресс масляный с разъемной стальной пресс-формой для прессования таблеток диаметром 9 мм и толщиной 1—1,5 мм под давлением  $98 \cdot 10^7$  Па (10 т/см<sup>2</sup>).

Лампа инфракрасная ИКЗ-500 с регулятором напряжения типа РНО-250—0,5 или регулятором аналогичного типа.

Ступка с пестиком ниобиевые.

Ступка с пестиком плексигласовые.

Электроды графитовые марки ОС. Ч 7—4, диаметром 6 мм, заточенные по торцу на полусферу.

Держатели таблеток — подставки медные диаметром 12 мм, длиной 50 мм, с ножкой диаметром 6 мм, длиной 50 мм; в рабочем торце держателя должно быть углубление с бортиком высотой 0,8 мм для помещения таблетки.

Фотопластинки спектрографические размером 9×12 см, типа I или фотопластинки аналогичного типа, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Ниobia пятиокись спектрально-чистая.

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

Титана двуокись по ГОСТ 9808—75, х. ч.

Железа окись по ГОСТ 4173—77, ч. д. а.

Алюминия окись, х. ч.

Кальция окись по ГОСТ 8677—76, х. ч.

Порошок медный по ГОСТ 4960—75, х. ч., проверенный на отсутствие определяемых примесей по п. 2.5.3.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72.

Полиэтиленовые банки с крышками из полиэтилена.

Бокс из органического стекла для подготовки проб и образцов сравнения.

Проявитель по ГОСТ 10691.1—73.

Фиксаж; готовят следующим образом: 300 г серноватистокислого натрия по СТ СЭВ 223—75 и 20 г хлористого аммония по ГОСТ 3773—72 растворяют в 700 и 200 мл воды соответственно, сливают полученные растворы вместе и доводят водой их общий объем до 1 л.

### 2.3. Подготовка к анализу

#### 2.3.1. Приготовление образцов сравнения

Основной образец пятиокиси ниобия, содержащий 2% окисей алюминия и кальция, двуокисей кремния и титана и 4% окиси железа (в расчете на содержание соответствующего окисла в смеси окислов) готовят следующим образом: 4,4000 г пятиокиси ниобия смешивают с 0,1000 г окиси алюминия, 0,1000 г окиси кальция, 0,1000 г двуокиси кремния, 0,1000 г двуокиси титана и 0,2000 г

окиси железа, смесь перетирают в ниобиевой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч. Перетертую смесь сушат под инфракрасной лампой до постоянной массы.

Из основного образца готовят пять образцов сравнения последовательным разбавлением пятиокисью ниobia.

Массовая доля каждой из определяемых примесей в образцах сравнения в процентах (в расчете на содержание окислов в смеси окислов) и вводимые в смесь навески пятиокиси ниobia и разбавляемого образца указаны в табл. 1.

Таблица 1

Обозначение образца сравне- ния	Массовая доля окисей алюминия и кальция, датокислой кремни- ны и титана, %	Массовая доля окиси железа, %	Масса навесок, г	
			нибия пятиокиси	разбавляемого об- разца (в скобках указано его обоз- начение)
ОС1	0,2	0,4	1,8000	0,2000 (ОСС)
ОС2	0,1	0,2	1,0000	1,0000 (ОС1)
ОС3	0,05	0,1	1,0000	1,0000 (ОС2)
ОС4	0,025	0,05	1,0000	1,0000 (ОС3)
ОС5	0,0125	0,025	1,0000	1,0000 (ОС4)

Каждую смесь перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч и сушат под инфракрасной лампой.

Образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках с крышками из полистирола.

#### 2.4. Проведение анализа

0,1 г пятиокиси ниobia перемешивают шпателем на кальке с 0,4 г медного порошка. Смесь загружают в пресс-форму и при помощи масляного пресса прессуют в таблетку диаметром 9 мм под давлением  $98 \cdot 10^7$  Па (10 т/см<sup>2</sup>). Таким же образом готовят по одной таблетке из каждого образца сравнения.

Для фотографирования спектра таблетку кладут на медную подставку и устанавливают последнюю в нижний зажим штатива в качестве нижнего электрода.

Верхним электродом служит графитовый электрод, заточенный на полусферу. Подставку с таблеткой и верхний электрод устанавливают так, чтобы верхняя плоскость таблетки была наклонена в сторону спектрографа на небольшой угол ( $10^\circ$ ) к оптической оси спектрографа для предотвращения экранирования излучения искры передней кромкой таблетки. Между электродами зажигают конденсированную искру от генератора ИГ-3, работающего по схеме Райского (сложный вариант) при следующих условиях разряда: емкость — 0,01 мкФ, самоиндукция 0,15 мГ, сила тока в первичной цепи — 3А, напряжение (первичное) 220 В, расстояние между электродами во вспомогательном промежутке 2,5 мм, расстояние

в аналитическом промежутке 2 мм. Время предварительного обыскривания 60 с.

Спектры проб и образцов сравнения фотографируют спектрофотом ДФС-8 с решеткой 1200 штр/мм, с трехлинзовой системой освещения щели без промежуточной диаграммы, экспозиция 2 мин.

При определении окиси железа и двуокиси кремния и титана индекс шкалы длин волн спектрографа устанавливают так, чтобы участок спектра вблизи 290,0 нм оказался в середине спектрограммы.

Спектры каждой пробы и каждого образца сравнения фотографируют по три раза, делая перерыв между двумя последовательными экспозициями по 2 мин во избежание перегрева таблетки.

При определении окисей алюминия и кальция повторяют все те же операции, но спектр фотографируют на вторую пластинку в области 300—430 нм. Для этого индекс шкалы длин волн спектрографа устанавливают так, чтобы участок спектра вблизи 390,0 нм оказался в середине спектрограммы. При одновременном определении алюминия и кальция аналитическая линия Ca 396,84 нм может оказаться в области ненормальных почернений. Поэтому целесообразно фотографировать спектр через трехступенчатый ослабитель. При фотометрировании в этом случае измеряют почернения S линии Ca 396,847 нм в той ступени спектра, где они окажутся нормальными ( $S=0,30-1,50$ ).

## 2.5. Обработка результатов

2.5.1. В каждой из полученных спектрограмм фотометрированием находят почернение аналитической линии определяемых примесей  $S_{\text{ан}}$  и линии элемента сравнения (ниобия)  $S_{\text{ср}}$  (см. табл. 2) и вычисляют разности почернений  $\Delta S = S_{\text{ан}} - S_{\text{ср}}$ . По трем значениям  $\Delta S_1$ ;  $\Delta S_2$ ;  $\Delta S_3$ , полученным по трем спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднее арифметическое значение

$$\bar{\Delta S} = \frac{1}{3}(\Delta S_1 + \Delta S_2 + \Delta S_3).$$

Таблица 2

Определяемая примесь	Аналитическая линия определяемого элемента		Аналитическая линия элемента сравнения	
	Элемент	Длина волны, нм	Элемент	Длина волны, нм
Окись алюминия	Алюминий	396,153	Ниобий	397,262
Окись кальция	Кальций	396,847	То же	397,252
Окись железа	Железо	259,837	•	260,373
Двуокись кремния	Кремний	288,158	•	288,662
Двуокись титана	Титан	307,865	•	308,602

По результатам фотометрирования спектров образцов сравнения строят градуировочные графики в координатах  $\lg C - \Delta S$ , где  $\lg C$  — логарифм массовой доли окисла определяемого элемента в образце сравнения. Массовую долю окисей алюминия, кальция, железа, двуокисей кремния и титана в пробе пятиокиси ниобия находят по результатам фотометрирования спектров пробы при помощи градуировочного графика.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим результатами и результатами двух анализов не должны превышать величины, указанных в табл. 3, при доверительной вероятности  $P=0,90$ .

Таблица 3

Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения, %	
		между наибольшим и наименьшим из результатов трех параллельных определений	между большим и меньшим из результатов двух анализов
Алюминия окись	0,03	0,007	0,005
	0,05	0,010	0,007
	0,10	0,020	0,013
	0,20	0,040	0,026
Кальция окись	0,03	0,007	0,005
	0,05	0,010	0,007
	0,10	0,020	0,013
	0,20	0,040	0,026
Железа окись	0,03	0,007	0,005
	0,05	0,010	0,007
	0,10	0,020	0,013
	0,15	0,030	0,020
	0,40	0,080	0,053
Кремния двуокись	0,03	0,007	0,005
	0,05	0,010	0,007
	0,10	0,020	0,013
	0,20	0,040	0,026
Титана двуокись	0,03	0,007	0,005
	0,05	0,010	0,007
	0,10	0,020	0,013
	0,20	0,040	0,026

2.5.2. Для контроля правильности результатов анализа из серии проанализированных проб выбирают такую пробу, в которой найденные массовые доли окисей алюминия, кальция, железа и двуокисей кремния и титана составляют по 0,05%. К 0,75 г пробы до-

бавляют 0,25 г первого образца сравнения (см. п. 2.3.1). Смесь тщательно перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта, сушат под инфракрасной лампой и анализируют по пп. 2.4—2.5.

Анализы серии проб правильны, когда в полученной смеси пробы с добавкой, за вычетом  $\frac{3}{4}$  первоначально найденной массовой доли примеси в пробе, найдено среднее значение  $0,05 \pm 0,008\%$  окисей алюминия или кальция, двуокисей кремния или титана и  $0,1 \pm 0,012\%$  окиси железа.

Если полученный результат выходит за указанные пределы, то контроль правильности результатов анализа повторяют, увеличивая число параллельных определений до шести. В смеси пробы с добавкой, за вычетом  $\frac{3}{4}$  первоначально найденной массовой доли примеси в пробе, должно быть найдено среднее значение в пределах  $0,05 \pm 0,006\%$  для окисей алюминия, кальция, двуокисей кремния, титана и  $0,1 \pm 0,009\%$  для окиси железа.

2.5.3. Для проверки значения контрольного опыта перемешивают шпателем на кальке 0,1 г пятиокиси ниобия и 0,4 г медного порошка, взятых из тех же партий пятиокиси ниобия и медного порошка, которые использовались при анализе по пп. 2.3—2.4. Затем прессуют таблетку и фотографируют спектры по п. 2.4. В полученных спектрограммах фотометрированием находят почернения аналитических линий алюминия, кальция, железа, кремния и титана и фон спектрограммы рядом с каждой из линий (см. табл. 2). Разность почернений  $S_{\text{анф}} - S_{\text{ф}}$  не должна превышать 0,02 единиц почернения.

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ОКИСЕЙ АЛЮМИНИЯ, КАЛЬЦИЯ И ЖЕЛЕЗА, ДВУОКИСЕЙ КРЕМНИЯ И ТИТАНА [при массовой доле окисей алюминия и кальция от 0,05 до 0,5%, окиси железа от 0,01 до 0,5% и двуокисей кремния и титана от 0,01 до 0,5%]

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на зависимости интенсивности спектральной линии алюминия, кальция, железа, кремния и титана от содержания окислов этих элементов в пробе пятиокиси ниобия при возбуждении спектра этих элементов в дуге постоянного тока.

#### 3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрограф кварцевый типа ИСП-30 (комплектная установка с универсальным штативом) или другой аналогичный прибор.

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 260 В и силу тока не менее 20 А.

Генератор дуговой типа ДГ-2 или аналогичный генератор для зажигания дуги постоянного тока.

Печь муфельная с терморегулятором на температуру 800—850°C.

Микрофотометр типа МФ-2 или другой аналогичный прибор.

Шкаф сушильный.

Лампа инфракрасная ИКЗ-500 с регулятором напряжения типа РНО-250—0,5 или регулятором аналогичного типа.

Чашки платиновые № 4.

Весы аналитические.

Весы торсионные типа ВТ-500 или весы аналогичного типа.

Станок для заточки графитовых электродов.

Электроды графитовые марки ОС. Ч 7—4 диаметром 6 мм, заточенные до диаметра 4 мм (длина заточки 10 мм) с углублением в заточенной части диаметром 2,4 мм и глубиной 1,5 мм (нижние).

Электроды графитовые марки ОС. Ч 7—4 диаметром 6 мм, заточенные до диаметра 4 мм на длину 10 мм (верхние).

Порошок графитовый марки ОС. Ч 7—4.

Ступка с пестиком ниобиевые.

Ступка с пестиком плексигласовые.

Фотопластинки спектрографические типа I, размером 9×12 см или фотопластинки аналогичного типа, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Ниobia пятиокись спектрально-чистая, проверенная на отсутствие примесей по п. 3.6.

Алюминия окись, х. ч.

Кальция окись по ГОСТ 8677—76, х. ч.

Железа окись по ГОСТ 4173—77, ч. д. а.

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

Титана двуокись по ГОСТ 9808—75, х. ч.

Никеля закись по ГОСТ 17607—72, проверенная на отсутствие примесей по п. 3.5.3.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72.

Бокс из органического стекла для подготовки проб и образцов сравнения.

Проявитель по ГОСТ 10691.1—73.

Фиксаж; готовят следующим образом: 300 г серноватистокислого натрия по СТ СЭВ 223—75 и 20 г хлористого аммония по ГОСТ 3773—72 растворяют в 700 и 200 мл воды соответственно, сливают полученные растворы вместе и доводят водой их общий объем до 1 л.

### 3.3. Подготовка к анализу

#### 3.3.1. Приготовление образцов сравнения

Основной образец пятиокиси ниobia, содержащий 2% окисей алюминия, кальция и железа, двуокисей кремния и титана (в расчете на содержание соответствующего окисла в смеси окислов) готовят следующим образом: 4,5000 г пятиокиси ниobia смешивают с 0,1000 г окиси алюминия, 0,1000 г окиси кальция, 0,1000 г окиси железа, 0,1000 г двуокиси кремния и 0,1000 г двуокиси титана, смесь перетирают в ниобиевой ступке под слоем спирта в тече-

ние 1,5—2 ч. Перетертую смесь сушат под инфракрасной лампой до постоянной массы. Основной образец сравнения хранят в полиэтиленовой банке с крышкой из полиэтилена.

Из основного образца готовят шесть образцов сравнения последовательным разбавлением пятиокисью ниобия.

Массовая доля каждой из определяемых примесей в образцах сравнения в процентах (в расчете на содержание соответствующего окисла в смеси окислов) и вводимые в смесь навески пятиокиси ниобия и разбавляемого образца указаны в табл. 4.

Таблица 4

Обозначение образца срав- нения	Массовая доля окисей алюминия, кальция, железа и двуокисей кремния и титана, %	Масса навесок, г	
		ниобия пятиокиси	разбавляемого образ- ца (в скобках указа- но его обозначе- ние)
OC1	0,5	1,5000	0,5000 (OC1)
OC2	0,2	1,2000	0,8000 (OC1)
OC3	0,1	1,0000	1,0000 (OC2)
OC4	0,05	1,0000	1,0000 (OC3)
OC5	0,02	1,2000	0,8000 (OC4)
OC6	0,01	1,0000	1,0000 (OC5)

Каждую смесь перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта в течение 1,5—2 ч и сушат под инфракрасной лампой. Образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках с крышками из полиэтилена.

### 3.3.2. Приготовление буферной смеси

Буферную смесь, состоящую из 50% графитового порошка и 50% закиси никеля (никель — элемент сравнения), готовят следующим образом: 5,0000 г графитового порошка и 5,0000 г закиси никеля перемешивают в ступке под слоем спирта в течение 1 ч и сушат под инфракрасной лампой. Буферную смесь хранят в полиэтиленовой банке с крышкой из полиэтилена.

### 3.4. Проведение анализа

100 мг пятиокиси ниобия перетирают в ступке со 100 мг буферной смеси. Подготовленную пробу набивают в углубления трех нижних электродов, предварительно обожженных в дуге постоянного тока при  $10 \pm 0,5$  А. Электроды попарно (верхний и нижний с пробой) устанавливают в электрододержатели штатива. Между электродами зажигают дугу постоянного тока и фотографируют спектры трех пар электродов на спектрографе ИСП-30, пользуясь трехлинзовой системой освещения щели. Ток дуги поддерживают  $14 \pm 0,5$  А, межэлектродное расстояние 3 мм, экспозиция 60 с. Теже операции выполняют с образцами сравнения, спектры которых фотографируют на ту же фотопластинку.

### 3.5. Обработка результатов

3.5.1. В каждой из полученных спектрограмм фотометрированием находят почернение аналитической линии примеси  $S_{\text{ан}}$  и линии элемента сравнения (никеля)  $S_{\text{ср}}$ , фона рядом с линией  $S_{\phi}$  (см. табл. 5) и вычисляют разности почернений  $\Delta S = S_{\text{ан}} - S_{\text{ср}}$ ,  $\Delta S = S_{\text{ан}+\phi} - S_{\phi}$ . По трем значениям  $\Delta S_1$ ,  $\Delta S_2$ ,  $\Delta S_3$ , полученным по трем спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднее арифметическое значение  $\overline{\Delta S} = \frac{1}{3} (\Delta S_1 + \Delta S_2 + \Delta S_3)$ .

Таблица 5

Определяемая примесь	Аналитическая линия определяемого элемента		Аналитическая линия элемента сравнения, фон спектра	
	Элемент	Длина волны, нм	Элемент	Длина волны, нм
Алюминия окись	Алюминий	319,27	Никель	295,83
Кальция окись	Кальций	315,80	Фон	315,82
Железа окись	Железо	259,94	Никель	254,00
Кремния двуокись	Кремний	251,61	Никель	254,00
Титана двуокись	Титан	307,87	Никель	255,83

По результатам фотометрирования спектров образцов сравнения строят градуировочный график в координатах  $\lg C - \overline{\Delta S}$ , где  $\lg C$  — логарифм массовой доли окисла определяемого элемента в образце сравнения. Массовую долю окисей алюминия, кальция и железа, двуокисей кремния и титана в пробе пятиокси ниobia находят по результатам фотометрирования спектров пробы при помощи градуировочного графика.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим результатами и результатами двух анализов не должны превышать величин, указанных в табл. 6, при доверительной вероятности  $P=0,90$ .

3.5.2. Для контроля правильности результатов из серии проанализированных проб выбирают такую пробу, в которой найденные массовые доли окисей алюминия, кальция, железа и двуокисей кремния и титана составляют по 0,05%. К 0,75 г пробы добавляют 0,25 г второго образца сравнения (см. п. 3.3.1). Смесь тщательно перетирают в плексигласовой ступке под слоем спирта, сушат под инфракрасной лампой и анализируют по п. 3.4—3.5.

Анализы серии проб правильны, когда в полученной смеси пробы с добавкой, за вычетом  $\frac{1}{4}$  первоначально найденной массовой доли примеси в пробе, найдено среднее арифметическое значение  $0,05 \pm 0,015\%$  окисей алюминия, кальция и  $0,05 \pm 0,012\%$  окисей железа, двуокисей кремния и титана.

Если полученный результат выходит за указанные пределы, то контроль правильности результатов анализа повторяют, увеличивая число параллельных определений до шести. В смеси пробы с добавкой, за вычетом  $\%_4$  первоначально найденной массовой доли примеси в пробе, должно быть найдено среднее арифметическое значение в пределах  $0,05 \pm 0,012\%$  для окисей алюминия и кальция и  $0,05 \pm 0,009\%$  для оксиев железа, двуокисей кремния и титана.

Таблица 6

Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения, %	
		между наибольшим и наименьшим из результатов трех параллельных определений	между большим и меньшим из результатов двух анализов
Алюминий окись	0,05	0,02	0,013
	0,10	0,04	0,026
	0,20	0,07	0,046
	0,50	0,20	0,13
Кальция окись	0,05	0,02	0,013
	0,10	0,04	0,026
	0,20	0,07	0,046
	0,50	0,20	0,13
Железа окись	0,01	0,004	0,003
	0,05	0,015	0,010
	0,10	0,03	0,020
	0,20	0,06	0,040
	0,50	0,15	0,10
Кремния двуокись	0,01	0,004	0,003
	0,05	0,015	0,010
	0,10	0,03	0,020
	0,20	0,06	0,040
	0,50	0,15	0,10
Титана двуокись	0,01	0,004	0,003
	0,05	0,015	0,010
	0,10	0,03	0,020
	0,20	0,06	0,040
	0,50	0,15	0,10

3.5.3. Для проверки значения контрольного опыта перемешивают шпателем на кальке 0,1 г пятиокиси ниобия и 0,1 г буферной смеси, взятых из тех же партий пятиокиси ниобия и буферной смеси, которые использовались при приготовлении основного образца и образцов сравнения по п.п. 3.3.1—3.3.2, а также при анализе по п. 3.4. Подготовленную пробу помещают в углубления шести

графитовых электродов, предварительно обожженных в дуге постоянного тока при  $10 \pm 0,5$  А в течение 5 с, и фотографируют спектры по п. 3.4. В полученных спектрограммах фотометрированием находят почернения аналитических линий алюминия, кальция, железа, кремния и титана (см. табл. 5) и фон спектрограммы рядом с каждой из линий. Разность почернений  $S_{\text{а+ф}} - S_{\phi}$  не должна превышать 0,02 единицы почернения.

**Изменение № 1 ГОСТ 18184.5—79 Ниобия пяtnохись. Методы определения мас-  
совой доли окисей алюминия, кальция и железа, двуокисей кремния и титана**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета  
СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 759**

**Дата введения 01.11.90**

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 18184.0—79 на ГОСТ 18385.0—79.

Пункт 2.2. Пятнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Кремний (IV)  
оксид по ГОСТ 9428—73, ч. д. а.».

Пункты 2.2, 3.2. Исключить ссылку: ГОСТ 4173—77; заменить ссылки: ГОСТ  
18300—72 на ГОСТ 18300—87, ГОСТ 10691.1—73 на ГОСТ 10691.1—84, ГОСТ  
9808—75 на ГОСТ 9808—84.

Пункт 2.3.1. Первый абзац дополнить словами: «Расход спирта на одну  
операцию — 50 см<sup>3</sup>»;

четвертый абзац дополнить словами: «Расход спирта на одну операцию —  
20 см<sup>3</sup>».

*(Продолжение см. с. 204)*

(Продолжение изменения к ГОСТ 18184.5-79)

Пункт 2.5.1. Таблица 2. Заменить значение: 308,602 на 308,609;  
второй абзац после слова «логарифм» дополнить словом: «величины».

Пункт 2.5.2 исключить.

Пункт 3.2. Заменить ссылку: СТ СЭВ 223—75 на ГОСТ 27068—86;  
двенадцатый, тринадцатый абзацы. Заменить обозначение ОСЧ 7—4 на ОСЧ  
7—3.

Пункт 3.3.1. Первый абзац дополнить словами: «Расход спирта на операцию — 50 см<sup>3</sup>»;  
последний абзац дополнить словами: «Расход спирта на одну операцию — 20 см<sup>3</sup>».

Пункт 3.3.2 дополнить словами: «Расход спирта на операцию — 50 см<sup>3</sup>».

Пункт 3.5.1. Таблица 5. Графа «Длина волны, им». Заменить значения:  
319,27 на 309,27; 315,80 на 315,89;

второй абзац после слова «логарифм» дополнить словом: «величины».

(ИУС № 7 1990 г.)