

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ  
РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 25702.0-83—ГОСТ 25702.18-83

Издание официальное

МОСКВА — 1994

**КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ**

Методы определения окиси иттрия

Raremetallic concentrates.  
Methods for the determination  
of yttrium oxide**ГОСТ****25702.5—83\***

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3360 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает рентгеноспектральные и спектральный методы определения окиси иттрия (при массовой доле от 1 до 3 %) в итросинхизитовом концентрате.

При разногласиях в оценке качества итросинхизитового концентрата по показателю массовой доли окиси иттрия определение проводят рентгеноспектральным методом по способу внутреннего стандарта.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

**2. РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ИТРИЯ ПО СПОСОБУ ВНУТРЕННЕГО СТАНДАРТА**

Метод основан на возбуждении атомов раствора навески пробы потоком первичных рентгеновских квантов и определении концентрации окиси иттрия по отношению интенсивностей аналити-

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

\* Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89).

ческих линий флуоресцентного излучения иттрия и элемента сравнения — стронция.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**2.1. Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Плитка электрическая.

Печь электрическая муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева до 1000 °С.

Спектрометр рентгеновский полуавтоматический РВ 1410/20 или аналогичный.

Трубка рентгеновская с вольфрамовым зеркалом анода.

Чашки платиновые вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Бюретка вместимостью 25 и 50 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 50, 500 и 1000 см<sup>3</sup>.

Пипетки вместимостью 5, 10, 15 и 20 см<sup>3</sup> без делений.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100 и 200 см<sup>3</sup>.

Цилиндр полиэтиленовый вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup> и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Литий борнокислый мета 2-водный.

Стронций углекислый по ГОСТ 2821—75.

Оксид иттрия, не менее 99,9%.

Раствор окиси иттрия; готовят следующим образом: навеску окиси иттрия массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, смачивают водой, прибавляют 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и слабо нагревают до растворения окиси иттрия. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 60 см<sup>3</sup> азотной кислоты, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 1,0 мг окиси иттрия.

Раствор стронция готовят следующим образом: навеску углекислого стронция массой 2,1063 г помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, смачивают небольшим количеством воды, прибавляют осторожно 70 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и слабо нагревают до растворения соли. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 2,5 мг стронция.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 2.2. Подготовка к анализу

### 2.2.1. Подготовка проб, содержащих менее 2 % окиси иттрия.

Навеску пробы массой 0,5—1 г (в зависимости от содержания иттрия) помещают в платиновую чашку, смачивают 5 см<sup>3</sup> воды и осторожно приливают 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и несколько капель азотной кислоты, после чего чашку выдерживают на плитке 30 мин при слабом нагревании. Затем прибавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1 и выпаривают раствор до густых паров серной кислоты. Содержимое чашки охлаждают, приливают 3—4 см<sup>3</sup> воды и вторично упаривают до влажных солей. Содержимое чашки смывают раствором азотной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup> в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, раствор нагревают до растворения солей, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора стронция, доводят до метки раствором азотной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают.

### 2.2.2. Подготовка проб, содержащих свыше 2 % окиси иттрия.

Навеску пробы массой 0,2—0,5 г помещают в платиновую чашку, смешивают с 10-кратным количеством метабората лития, сплавляют в муфельной печи в течение 20 мин при 900 °С. Плав растворяют в растворе азотной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup> при слабом нагревании, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора стронция, доводят до метки раствором азотной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают.

2.2.1; 2.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

## 2.3. Проведение анализа

2.3.1. В кювету с майларовым дном наливают 10—15 см<sup>3</sup> анализируемого раствора и измеряют на рентгеновском спектрометре интенсивность аналитических линий иттрия и стронция.

Режим работы рентгеновской трубки — 50 кВ; 25 мА; кристалл-анализатор — LiF (200),  $2d=4,03 \text{ \AA}$ ; детектор—сцинтилляционный счетчик с кристаллом NaI (Tl), экспозиция — 40 с.

Измерение интенсивности каждой аналитической линии проводят дважды, данные усредняют. Измерение фоновой составляющей проводят при положениях гониометра справа и слева от аналитической линии элемента. Значения зарегистрированной скорости счета справа и слева от линии усредняют. Значения длин волн аналитических линий, соответствующие им углы отражения  $2\theta$ , а также значения углов  $2\theta$  для измерения фона указаны в табл. 1.

Наименование элемента	Аналитическая линия	Длина волны линии		Угол $2\theta^\circ$ для измерения фона	
		А	Угол $2\theta^\circ$	слева	справа
Иттрий	$K_\alpha$	0,8302	23,80	23,40	24,20
Стронций	$K_\alpha$	0,8766	25,15	24,80	25,60

Зная коэффициент чувствительности градуировочной характеристики, по величине отношения интенсивностей аналитических линий иттрия и стронция рассчитывают массовую долю окиси иттрия в образце.

2.3.2. Определение коэффициента чувствительности градуировочной характеристики.

В мерные колбы вместимостью по 50 см<sup>3</sup> отмеривают бюреткой 0; 2,5; 5,0; 10,0; 20,0 и 30,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора окиси иттрия, приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора стронция, доводят до метки раствором азотной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup> и тщательно перемешивают.

Значение коэффициента чувствительности находят построением градуировочного графика, откладывая по оси абсцисс содержание окиси иттрия в растворе в мкг/см<sup>3</sup>, а по оси ординат — соответствующие им отношения интенсивностей аналитических линий иттрия и стронция. Тангенс угла наклона градуировочного графика определяет значение коэффициента чувствительности в (мкг/см<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>.

Повторная процедура построения градуировочного графика проводится в случае изменения режима работы счетно-измерительного устройства, изменения режима работы источника питания трубки, после смены рентгеновской трубки либо перестройки рентгено-оптической системы прибора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю окиси иттрия ( $X$ ) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(I_Y^x - I_Y^\Phi) \cdot V \cdot K}{(I_{Sr}^x - I_{Sr}^\Phi) \cdot S \cdot m} \times 10^{-4},$$

- где  $I_Y^x$ ,  $I_{Sr}^x$  — интенсивность аналитических линий иттрия и стронция без вычета фона;
- $I_Y^\phi$ ,  $I_{Sr}^\phi$  — фон аналитических линий иттрия и стронция, соответственно;
- $V$  — объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;
- $K$  — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83, п. 1.5;
- $S$  — коэффициент чувствительности градуировочного графика, (мкг/см<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>;
- $m$  — масса навески пробы, г.

2.4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси иттрия, %	Допускаемое расхождение, %
1,00	0,12
2,00	0,19
3,00	0,24

2.4.1; 2.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ИТТРИЯ ПО СПОСОБУ СТАНДАРТА ФОНА

Метод основан на возбуждении атомов пробы потоком первичных рентгеновских квантов и определении концентрации окиси иттрия по отношению интенсивности аналитической линии флуоресцентного излучения иттрия к интенсивности линии рассеянного излучения серебра — материала анода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы аналитические.

Весы технические.

Установка рентгеновская типа ФРС-2 с кристаллом-анализатором (пластинка кварца с отражающей плотностью 1010) или аналогичная.

Кюветы из стали (сталь 3 или 45).

Истиратель типа ДРМ-75 или аналогичный.

Трубка рентгеновская БХВ-6 с Ag-анодом.

Шкаф сетевой типа ФРС-2.

Ступки яшмовые или агатовые.

Счетная машина «Искра-122» или аналогичная.

Алюминия окись безводная, не менее 99,9 %.

Глицерин по ГОСТ 6259—75.

Окись иттрия, не менее 99,9 %.

**Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.**

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Медь (I) окись по ГОСТ 16539—79.

Масло приборное.

Цинка окись по ГОСТ 10262—73.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

### 3.2. Подготовка к анализу

#### 3.2.1. Приготовление образцов сравнения

Головной образец сравнения, содержащий 10 % окиси иттрия, готовят смешиванием 1 г окиси иттрия и 9 г горной породы, близкой по химическому составу к анализируемым концентратам и не содержащей иттрия, в агатовой ступке в присутствии спирта. Смесь сушат в сушильном шкафу.

Из головного образца последовательным разбавлением той же горной породой получают два образца сравнения следующим образом: 1 г головного образца сравнения и 4 г горной породы перемешивают, добавляя 5 см<sup>3</sup> спирта, в агатовой ступке. Смесь сушат, получают смесь, содержащую 2 % окиси иттрия — основной образец ОС<sub>01</sub>.

При смешивании ОС<sub>01</sub> и горной породы в соотношении 1:1 получают ОС<sub>02</sub> с 0,5 % -ной массовой долей окиси иттрия.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Настраивают канал на некогерентно рассеянную характеристическую линию серебра (канал сравнения)  $AgK_{\alpha} = 0,584 \cdot 10^{-1}$  нм.

Ширину выходной щели устанавливают равной 0,4 мм.

Режим работы трубки: 40 кВ и 40 мА. Пробу засыпают в кювету, поверхность пробы заглаживают стеклом.

Кювету с пробой помещают в прободержатель, который вставляют под бериллиевое окно рентгеновской трубки.

Сначала измеряют интенсивности на излучателях: окиси алюминия и меди ( $I_p^2$ ), образцах сравнения ОС<sub>01</sub> или ОС<sub>02</sub> ( $I_p^{06P}$ ), затем на анализируемых концентратах ( $I_p$ ).

Время экспозиции равно 40 с.

После замера интенсивностей рассеяния перестраивают канал на аналитическую линию  $YK_{\alpha,1} \lambda = 0,831 \cdot 10^{-1}$  нм.

Ширину выходной щели устанавливают равной 0,025 мм. Измеряют интенсивности на излучателях: окиси алюминия ( $I_{ан}$ ), оки-

си меди ( $I_{\text{ан}}$ ), образцах сравнения  $\text{OC}_{01}$  или  $\text{OC}_{02}$  ( $I_{\text{ан}}^{\text{обр}}$ ), а также на анализируемых концентратах ( $I_{\text{ан}}$ ).

### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю окиси иттрия ( $X$ ) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{I_{\text{ан}} - I_{\text{ан}}^0}{(I_{\text{р}} - I_{\text{р}}^0) \cdot K^{\text{обр}}},$$

где

$$I_{\text{ан}}^0 = I_{\text{ан}}^2 - K^1 \cdot I_{\text{р}}^2; \quad K^1 = \frac{I_{\text{ан}}^1 - I_{\text{ан}}^2}{I_{\text{р}}^1 - I_{\text{р}}^2},$$

$$I_{\text{р}}^0 = I_{\text{р}}^2 - K \cdot \frac{1}{\mu_2}; \quad K = \frac{I_{\text{р}}^1 - I_{\text{р}}^2}{\frac{1}{\mu_1} - \frac{1}{\mu_2}};$$

$\mu_1, \mu_2$  — массовые коэффициенты поглощения соответственно для окиси алюминия и окиси меди.

$$\frac{1}{\mu_1} = 0,16; \quad \frac{1}{\mu_2} = 0,015;$$

$$K^{\text{об}} = \frac{I_{\text{ан}}^{\text{обр}} - I_{\text{ан}}^0}{I_{\text{р}}^{\text{обр}} - I_{\text{р}}^0} : C^{\text{обр}},$$

где  $C^{\text{обр}}$  — массовая доля окиси иттрия в образце сравнения, %.

3.4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси иттрия, %	Допускаемое расхождение, %
1,00	0,09
2,00	0,16
3,00	0,20

3.4.1; 3.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

## 4. СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ИТРИЯ

Метод основан на возбуждении спектров анализируемого концентрата в дуге переменного тока и регистрации их с помощью спектрографа.



#### 4.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы аналитические.

Весы технические.

Весы торсионные.

Спектрограф дифракционный ДФС-13 с решеткой 600 штр/мм и трехлинзовой системой освещения.

Генератор дуговой типа ДГ-2 или аналогичный с дополнительным реостатом, обеспечивающий силу тока не менее 20А;

Микрофотометр не регистрирующий типа МФ-2 или аналогичный;

Станок для заточки графитовых электродов.

Пек каменноугольный, измельченный и прошедший через сито 0,074 мм.

Ослабитель трехступенчатый с заклеенной ступенькой, у которой пропускание близко к 10 %.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру до 200 °С.

Угли спектральные С-3.

Электроды, выточенные из спектральных углей С-3, диаметром 6 мм, с кратером глубиной 5 мм и диаметром 2,5 мм.

Электроды, выточенные из спектральных углей С-3, диаметром 6 мм, заточенные на конус с углом при вершине 30—40°.

Порошок угольный, полученный из спектральных углей С-3, прошедший через сито 0,074 мм.

Фотопластинки спектральные типа 1 размером 9×12 см или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий в спектре.

Ступка яшмовая.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Иттрия окись с массовой долей основного вещества — окиси иттрия (III) — не менее 99,9 %.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76.

Эрбия окись с массовой долей основного вещества — окиси эрбия (III) не менее 99,9 %.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

Метол (пара-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 25664—71.

Натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195—77.

Гидрохинон по ГОСТ 19627—74.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Проявитель готовят следующим образом: смешивают растворы А и Б в соотношении 1:1 перед проявлением фотопластики. Раствор А состоит из последовательно растворенных: 2,3 г мела, 55 г сернистоокислого натрия безводного, воды до 1000 см<sup>3</sup>. Раствор Б состоит из последовательно растворенных: 42 г углекислого натрия, 7 г бромистого калия, воды до 1000 см<sup>3</sup>.

Фиксаж готовят следующим образом: 250 г серноватистокислого натрия, 25 г сернистоокислого натрия безводного, 50 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:9, последовательно растворяют в 700—800 см<sup>3</sup> воды и доводят объем раствора водой до 1000 см<sup>3</sup>.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 4.2. Подготовка к анализу

##### 4.2.1. Приготовление образцов сравнения

Головной образец 1 (ГОС-1) готовят смешиванием 1 г окиси иттрия и 9 г фтористого натрия при тщательном перемешивании в яшмовой ступке в присутствии 2—3 см<sup>3</sup> спирта до полного испарения спирта.

2 г головного образца 1 (ГОС-1) и 18 г фтористого натрия смешивают в яшмовой ступке в присутствии 4—5 см<sup>3</sup> спирта. Смесь сушат в сушильном шкафу и получают головной образец 2 (ГОС-2). Последовательным разбавлением головного образца 2 (ГОС-2), содержащего 1 % окиси иттрия, фтористым натрием получают образцы сравнения ОС1—ОС6.

Массовые доли окиси иттрия в ОС1—ОС6 и вводимые в смесь навески фтористого натрия указаны в табл. 4.

Таблица 4

Обозначение образца сравнения	Массовая доля окиси иттрия, %	Масса навесок, г	
		фтористого натрия	разбавляемого образца
ОС1	0,5	5	5 (ГОС-2)
ОС2	0,3	7	3 (ГОС-2)
ОС3	0,2	8	2 (ГОС-2)
ОС4	0,1	18	2 (ГОС-2)
ОС5	0,05	5	5 (ОС4)
ОС6	0,03	7	3 (ОС4)

Указанные в табл. 4 навески фтористого натрия и разбавляемого образца сравнения помещают в ступку и тщательно перемешивают в течение 20 мин в присутствии спирта.

##### 4.2.2. Приготовление буферной смеси

4.2.2.1. Основу для буферной смеси готовят смешиванием 60 г

каменноугольного пека и 150 г угольного порошка в фарфоровой ступке с 50—60 см<sup>3</sup> ацетона. Ацетон добавляют до образования пульпообразной массы. Перемешивание производят до полного испарения ацетона. Смесь сушат в сушильном шкафу в течение 2 ч.

4.2.2.2. 2 г окиси эрбия смешивают в фарфоровой ступке с 8 г основы для буферной смеси (см. п. 4.2.2.1) с ацетоном в течение 20 мин. К полученной смеси добавляют 90 г основы для буферной смеси и 25—30 см<sup>3</sup> ацетона и повторяют перемешивание. Затем добавляют еще 100 г основы и 25—30 см<sup>3</sup> ацетона и снова перемешивают в течение 20 мин. Полученную таким образом буферную смесь, содержащую 1 % окиси эрбия, сушат в сушильном шкафу, переносят в плотно закрывающиеся банки и используют при проведении анализов.

#### 4.2.3. Построение градуировочного графика

Два исполнителя смешивают по 150 мг буферной смеси и 150 мг каждого из образцов сравнения ОСЗ—ОС6 в отдельных стаканчиках на электромеханической мешалке. Полученную в каждом стакане смесь набивают в кратеры четырех электродов и сжигают в дуге переменного тока. Верхний электрод заточен на конус, нижний — с кратером. Сила тока дуги 18—20 А. Время «холостого» горения — 15 с, экспозиция — 60 с на каждый электрод. Производят экспонирование спектров двух электродов на одно и то же место фотопластинки через трехступенчатый ослабитель. Ширина щели спектрографа типа ДФС 13—0,025 мм. Индекс шкалы длин волн спектрографа устанавливают таким образом, чтобы участок спектра около 320 нм оказался в середине спектрограммы. Промежуточная диафрагма — 3,2 мм. Каждый исполнитель фотографирует на индивидуальной фотопластинке.

Экспонированную фотопластинку проявляют, фиксируют, промывают в течение 15 мин в проточной воде, споласкивают водой и сушат. По спектрам, полученным на фотопластинке, определяют коэффициент контрастности. Для этого измеряют плотности почернения двух ступенек в одном из спектров для пяти линий, расположенных в интервале длин волн 319—324 нм и имеющих нормальные почернения. Вычисляют величины  $\Delta S = S_1 - S_2$  и по ним рассчитывают коэффициенты контрастности ( $\gamma$ ) по формуле

$$\gamma = \frac{\Delta S}{100 \lg \frac{T_1}{T_2}},$$

где  $T_1$  и  $T_2$  — пропускание ступенек трехступенчатого ослабителя, %.

Если  $T_1 = 100\%$  и  $T_2 = 50\%$ , формула приобретает вид

$$\gamma = \frac{\Delta S}{80}.$$

По полученным пяти значениям коэффициента контрастности находят его среднее арифметическое значение.

В спектрах образцов сравнения ОСЗ—ОС6 измеряют плотность почернения для аналитической линии иттрия 319,5 нм и линии сравнения эрбия 322,0 нм. Вычисляют разности почернений  $\Delta S$  аналитической линии и линии сравнения. Находят среднее значение разности почернений по двум параллельным спектрам для каждого образца сравнения и вычисляют величину  $\frac{\Delta \bar{S}_1}{\gamma_1}$  для каждой фотопластинки, где  $\Delta \bar{S}_1$  — среднее арифметическое значение разности почернений на 1-й фотопластинке;  $\gamma_1$  — среднее арифметическое значение коэффициента контрастности 1-й фотопластинки.

Эту же процедуру повторяют для 2-й фотопластинки, т. е. вычисляют величину  $\frac{\Delta \bar{S}_2}{\gamma_2}$ . Далее находят среднее арифметическое значение величин  $\frac{\Delta \bar{S}_1}{\gamma_1}$  и  $\frac{\Delta \bar{S}_2}{\gamma_2}$ , т. е.  $\frac{\Delta \bar{S}}{\gamma}$ .

Градуировочный график строят в координатах  $\frac{\Delta \bar{S}}{\gamma}$ , IgC, где C — массовая доля окиси иттрия (в %) в образцах сравнения, умноженная на величину коэффициента разбавления проб, т. е. на 20.

При приготовлении новой порции буферной смеси или при переходе на новую партию фотопластинок построение градуировочного графика повторяют вновь.

#### 4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску пробы массой 20 мг и 380 мг фтористого натрия перемешивают в течение 4 мин на электромеханической мешалке.

150 мг полученной смеси и 150 мг буферной смеси высыпают в один стаканчик для смешивания и повторяют процесс перемешивания.

Заполняют поочередными смесями кратеры четырех электродов, которые сжигают в дуге переменного тока. Верхний электрод загочен на конус, нижний — с кратером. Сила тока дуги 18—20 А. Время «холостого» горения — 15 с, экспозиция — 60 с.

Спектры от двух электродов через трехступенчатый ослабитель экспонируют на одно и то же место фотопластинки. Шири-

на щели спектрографа 0,025 мм. Индекс шкалы спектрографа устанавливают на 320 нм.

#### 4.4. Обработка результатов

4.4.1. По полученным спектрограммам определяют коэффициент контрастности  $\gamma$  по п. 4.2.3.

Измеряют величины плотности почернений аналитической линии иттрия 319,5 нм и линии сравнения эрбия 322,0 нм. Вычисляют соответствующие разности почернений для двух спектров  $\Delta S_1$  и  $\Delta S_2$ , находят среднее значений разности почернений  $\Delta S$  и величину  $\frac{\Delta S}{\gamma}$ . По значению  $\frac{\Delta S}{\gamma}$  находят массовую долю окиси иттрия в концентрате  $C_1$ . Полученное значение  $C_1$  есть результат единичного определения.

4.4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля окиси иттрия, %	Допускаемое расхождение, %
1,00	0,18
2,00	0,30
3,00	0,40

(Измененная редакция, Изм. № 1).

*Редактор Р. С. Федорова*  
*Технический редактор В. Н. Прусакова*  
*Корректор М. С. Кабашова*

Сдано в набор 26 04 94 Подп в печ 23 06 94 Усл печ л 11,62. Усл кр-отт 11,74.  
Уч-изд л 12,30 Тир 225 экз С 1461

---

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер. 14  
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256 Зак 944