

Изменение № 2 ГОСТ 23862.31—79 Редкоземельные металлы и их окиси. Метод определения тория

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 17.05.90 № 1205

Дата введения 01.01.91

Наименование стандарта. Заменить слова: «Метод определения тория» на **Методы определения тория и празеодима»,**  
Method of determination of thorium» на «Methods of determination of thorium and praseodymium».

По всему тексту стандарта заменить обозначение концентрации: М на **моль/дм<sup>3</sup>.**

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «(метод I) и спектрофотометрический метод определения празеодима (от  $1 \cdot 10^{-3}$  до  $5 \cdot 10^{-1}$  %) в неодиме и его окиси (метод II)»;

второй абзац после слова «Метод» дополнить обозначением М: — I;

дополнить абзацем: «Метод II основан на измерении оптической плотности **полосы** поглощения празеодима».

После пункта 1.1 дополнить наименованием: «Метод I».

Стандарт дополнить разделом — 5:

## «МЕТОД II

### 5. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр РИ-8800 (Англия) или аналогичный прибор

Плитка электрическая

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до  $1000^{\circ}\text{C}$ .

Колбы мерные вместимостью 10, 50, 100 см<sup>3</sup>.

Цилиндры мерные с притертой пробкой вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Стекла часовые.

Пипетки с делениями вместимостью 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup>.

Стаканы стеклянные вместимостью 25, 50 и 100 см<sup>3</sup>.

Фильтры беззольные «синяя лента».

Празеодима окись чистоты  $\geq 99,99\%$ .

Кислота хлорная, концентрированная и раствор концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup>.

Раствор празеодима запасной, содержащий 10 мг/см<sup>3</sup> (в расчете на окись празеодима):

500 мг окиси празеодима (предварительно прокаленной при  $800^{\circ}\text{C}$ ) помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, смачивают водой и растворяют в 5 см<sup>3</sup> концентрированной хлорной кислоты при умеренном нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки.

Раствор празеодима рабочий готовят разбавлением в 10 раз запасного раствора празеодима раствором хлорной кислоты концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup>.

#### 5.1. Проведение анализа

Навеску окиси неодима массой 3 г помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, смачивают пипеткой 2 см<sup>3</sup> воды, 6,5 см<sup>3</sup> концентрированной хлорной кислоты, стакан накрывают часовым стеклом и растворяют сначала при комнатной температуре, перемешивая стеклянной палочкой, а затем при нагревании до  $50-60^{\circ}\text{C}$ .

Раствор переводят в мерную колбу (цилиндр) вместимостью 10 см<sup>3</sup> и доводят водой до 10 см<sup>3</sup>.

Раствор фильтруют через сухой фильтр «синяя лента» в сухой стакан. Фильтрат переводят в кювету с длиной оптического пути 40 мм и проводят регистрацию спектра при фиксированных длинах волн: 448, 443, 438 нм; щель 0,2 мм; время усреднения сигнала 5 с; количество циклов 10.

5.2. Вычисление коэффициента наклона градуировочной прямой К

В мерные колбы (цилиндры) вместимостью 10 см<sup>3</sup> вводят 0,1; 0,5; 2 и 10 см<sup>3</sup> рабочего раствора, содержащего 1 мг/см<sup>3</sup> окиси празеодима, т. е. 0,1 мг; 0,5 мг; 2 и 10 мг окиси празеодима, доводят до 10 см<sup>3</sup> раствором хлорной кислоты концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup>. Регистрацию спектров проводят по п. 5.1.

Коэффициент наклона градуировочной прямой вычисляют по формуле

$$K = \frac{\sum_{i=1}^{i=4} \frac{\bar{A}_i}{C_i}}{4},$$

где  $\bar{A}_i$  — среднее значение оптической плотности раствора в  $i$ -той точке;

$C_i$  — масса окиси празеодима в  $i$ -той точке, мг;

4 — число точек градуировочной прямой.

### 5.3. Обработка результатов

Массовую долю окиси празеодима ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{\bar{A}}{K \cdot m} \cdot 10^{-1},$$

где  $\bar{A}$  — среднее значение оптической плотности раствора пробы;

$K$  — коэффициент наклона градуировочной прямой;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г.

Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси празеодима, %	Допускаемые расхождения, %
$1 \cdot 10^{-3}$	$0,7 \cdot 10^{-3}$
$2 \cdot 10^{-3}$	$0,8 \cdot 10^{-3}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$0,25 \cdot 10^{-2}$
$5 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
$1 \cdot 10^{-1}$	$0,15 \cdot 10^{-1}$
$5 \cdot 10^{-1}$	$0,5 \cdot 10^{-1}$