

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/дм³.

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 900 °С.

Колбы мерные вместимостью 10, 50, 100 см³.

Цилиндры мерные с притертой пробкой вместимостью 10 см³.

Стекла часовые.

Пипетки с делениями вместимостью 1, 2, 5, 10 см³.

Стаканы стеклянные вместимостью 25, 50 и 100 см³.

Фильтры беззольные «синяя лента».

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

Кислота хлорная, концентрированная и раствор концентрации 0,01 моль/дм³.

Раствор празеодима запасной, содержащий 10 мг/см³ (в расчете на окись празеодима):

500 мг окиси празеодима (предварительно прокаленной при 800 °С) помещают в стакан вместимостью 50 см³, смачивают водой и растворяют в 5 см³ концентрированной хлорной кислоты при умеренном нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят водой до метки.

Раствор празеодима рабочий готовят разбавлением в 10 раз запасного раствора празеодима раствором хлорной кислоты концентрации 0,01 моль/дм³.

5.1. Проведение анализа

Навеску окиси неодима массой 3 г помещают в стакан вместимостью 50 см³, добавляют пипеткой 2 см³ воды, 6,5 см³ концентрированной хлорной кислоты, стакан накрывают часовым стеклом и растворяют сначала при комнатной температуре, перемешивая стеклянной палочкой, а затем при нагревании до 50—60 °С.

Раствор переводят в мерную колбу (цилиндр) вместимостью 10 см³ и доводят водой до 10 см³.

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 см³ вводят 0,1; 0,5; 2 и 10 см³ рабочего раствора, содержащего 1 мг/см³ окиси празеодима, т. е. 0,1 мг; 0,5 мг; 2 и 10 мг окиси празеодима, доводят до 10 см³ раствором хлорной кислоты концентрации 0,01 моль/дм³. 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, %
1·10 ⁻³	0,7·10 ⁻³
2·10 ⁻³	0,8·10 ⁻³
1·10 ⁻²	0,25·10 ⁻²
5·10 ⁻²	1·10 ⁻²
1·10 ⁻¹	0,15·10 ⁻¹
5·10 ⁻¹	0,5·10 ⁻¹