Группа В59

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКИСИ

Методы определения тория и празеодима

Rare-earth metals and their oxides.
Methods of determination of thorium and praseodymium

ГОСТ 23862.31—79

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения тория (от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-3}$ %) в редкоземельных металлах и их окисях (метод I) и спектрофотометрический метод определения празеодима (от $1 \cdot 10^{-3}$ % до $5 \cdot 10^{-1}$%) в неодиме и его окиси (метод II).

Метод I основан на экстракционном концентрировании примеси тория 0,1 моль/дм^3 раствором триизоамилфосфиноксида в четыреххлористом углероде и последующем фотометрическом определении тория по реакции с арсеназо-III. Массовую долю тория находят по градуировочному графику.

Метод II основан на измерении оптической плотности полосы поглощения празеодима.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

Метод I

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-60 или спектрофотометр или аналогичный прибор.
Плитка электрическая.
Стаканы химические вместимостью 100 см^3.
Колбы мерные вместимостью 25 и 100 см^3.
Стекла часовые.
Воронки делительные вместимостью 50 см^3.
Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, х.ч. или ч.д.а., разбавленная 1 : 1.
Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76.
Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74.
Триизоамилфосфиноксид.
Экстрагент — 0,1 моль/дм^3 (1 : 39) раствор триизоамилфосфиноксида в четыреххлористом углероде.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 0,15 моль/дм^3 раствор.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., мае 1990 г. (ИУС 7—85, 8—90).

gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, разбавленная 1 : 1, прокипяченный раствор, 0,1 моль/дм^3 раствор.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, раствор с концентрацией 100 г/дм^3.

Арсеназо-III, раствор с концентрацией 1 г/дм^3.

Торий азотнокислый.

Раствор тория (запасной) : навеску азотнокислого тория массой 0,0238 г растворяют в 0,1 моль/дм^3 азотной кислоте, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки.

Раствор тория (рабочий), содержащий 1 мкг/см^3 тория, готовят разбавлением запасного раствора тория 0,1 моль/дм^3 азотной кислотой в 100 раз, готовят в день употребления.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы (кроме двуокиси церия) массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, добавляют несколько капель пероксида водорода и растворяют при нагревании. Раствор упаривают досуха, остаток растворяют в 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, раствор переводят в делительную воронку вместимостью 50 см^3, приливают 10 см^3 экстрагента и энергично встряхивают в течение 2 мин. После расслаивания водную фазу отбрасывают, а органическую переводят в чистую сухую делительную воронку вместимостью 50 см^3 и промывают энергичным встряхиванием с 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1 в течение 2 мин. Реэкстракцию тория проводят встряхиванием органического слоя с 10 см^3 0,15 моль/дм^3 серной кислоты в течение 2 мин. Реэкстракт переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, приливают 2 см^3 раствора щавелевой кислоты, 7 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, 1 см^3 раствора арсеназо-III, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Навеску анализируемой пробы двуокиси церия массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, смачивают несколькими каплями воды, приливают 10 см^3 концентрированной азотной кислоты, 20 см^3 перокисида водорода, перемешивают, закрывают стакан часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор упаривают досуха, остаток растворяют в 10 см^3 соляной кислоты, приливают 6—8 капель пероксида водорода и переводят раствор в делительную воронку вместимостью 50 см^3. Далее приливают 10 см^3 экстрагента и энергично встряхивают воронку в течение 2 мин. После расслаивания смеси водную фазу отбрасывают, а органическую переводят в чистую сухую делительную воронку вместимостью 50 см^3 и промывают энергичным встряхиванием с 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1 в течение 2 мин. Реэкстракцию тория проводят встряхиванием органического слоя с 10 см^3 0,15 моль/дм^3 серной кислоты в течение 2 мин. Реэкстракт переводят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, приливают 2 см^3 раствора щавелевой кислоты, 7 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, 1 см^3 раствора арсеназо-III, доводят объем до метки водой и тщательно перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при λ_{max} 665 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор, содержащий те же количества щавелевой и азотной кислот и арсеназо-III.

Количество тория определяют по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 вводят 0,20; 0,50; 0,80; 1,2; 2,0; 5,0; 8,0; 10,0 см^3 рабочего раствора тория (содержащего 1 мкг/см^3 тория), приливают 7 см^3 азотной кислоты (1 : 1), 2 см^3 раствора щавелевой кислоты, 1 см^3 раствора арсеназо-III, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при λ_{max} 665 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор, содержащий те же количества щавелевой и азотной кислот и арсеназо-III.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график, нанося на оси ординат значение оптической плотности раствора, а на оси абсцисс — массу тория.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю тория (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса тория, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля тория, %	Допускаемое расхождение, %
$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
$1 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-5}$
$3 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$
$5 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$
$1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$

Метод II

5. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр РИ-8800 (Англия) или аналогичный прибор.

Плитка электрическая.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 800 °С.

Колбы мерные вместимостью 10, 50, 100 см^3.

Цилиндры мерные с притертой пробкой вместимостью 10 см^3.

Стекла часовые.

Пипетки с делениями вместимостью 1, 2, 5, 10 см^3.

Стаканы стеклянные вместимостью 25, 50 и 100 см^3.

Фильтры беззольные «синяя лента».

Празеодима окись чистоты ≥ 99,99%.

Кислота хлорная, концентрированная и раствор концентрации 0,01 моль/дм^3.

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

500 мг окиси празеодима (предварительно прокаленной при 800 °С) помещают в стакан вместимостью 50 см^3, смачивают водой и растворяют в 5 см^3 концентрированной хлорной кислоты при умеренном нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят водой до метки.

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

5.1. Проведение анализа

Навеску окиси неодима массой 3 г помещают в стакан вместимостью 50 см^3, добавляют пипеткой 2 см^3 воды, 6,5 см^3 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 см^3 и доводят водой до 10 см^3.

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 2 нм; время усреднения сигнала 5 с; количество циклов 10.

5.2. Вычисление коэффициента наклона градуировочной прямой K

В мерные колбы (цилиндры) вместимостью 10 см^3 вводят 0,1; 0,5; 2 и 10 см^3 рабочего раствора, содержащего 1 мг/см^3 окиси празеодима, т.е. 0,1; 0,5; 2 и 10 мг окиси празеодима, доводят до

10 см^3 раствором хлорной кислоты концентрации 0,01 моль/дм^3. Регистрацию спектров проводят по п. 5.1.

Коэффициент наклона градуировочной прямой вычисляют по формуле

$$K = \frac{\sum_{i=1}^{i=4} \overline{A_i}}{\overline{C_i}}{4},$$

где $\overline{A_i}$ — 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

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

где $\overline{A}$ — 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 празеодима, %	Допускаемое расхождение, %
$1 \cdot 10^{-3}$	$0{,}7 \cdot 10^{-3}$
$2 \cdot 10^{-3}$	$0{,}8 \cdot 10^{-3}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$0{,}25 \cdot 10^{-2}$
$5 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
$1 \cdot 10^{-1}$	$0{,}15 \cdot 10^{-1}$
$5 \cdot 10^{-1}$	$0{,}5 \cdot 10^{-1}$

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru