Hutnictwo Żelaza i Stali	NORMA BRANŻOWA	BN-80/0602-47
	Analiza chemiczna stopu pierwiastków ziem rzadkich /miszmetalu/ Oznaczanie zawartości ceru, lantanu, prazeodymu i neodymu	Gr kat III 19

1 WSTĘP

1 1 Przedmiot normy Przedmiotem normy są metody oznaczania czterech podstawowych składników stopu pierwiastków ziem rzadkich: ceru lantanu prazeodymu i neodymu stosowane do ruchowych bieżących analiz kontrolnych

1 2 Zestawienie i zakres stosowanych metod

Składnik	Metoda	Zakres stosowania w %	Opis metody wg
Cer	Potencjometrycznego miareczkowania	10-60	3 1
	Wizualnego miareczkowania	12-30	3 2
Lantan	Atomowej spektrometrii absorpcyjnej	12-30	4
Prazeodym Neodym	Spektrofotometryczna	Prazeodym 1-12 Neodym 2-25	5 1
	Atomowej spektrometrii absorpcyjnej	Prazeodym 1-12 Neodym 2-25	5 2

2. WYTYCZNE OGÓLNE

Przy wykonywaniu analizy należy stosować ogólne wytyczne wg PN-78/H-04039

2 1 Przygotowanie i przechowywanie próbek Próbki stopu pierwiastków ziem rzadkich należy wiórować na frezie palcowym stosując ilość obrotów do 90/min ze względu na możliwość zapalania wiórów na skutek zagrzewania się frezu Zwiórowane próbki należy przechowywać w słoikach z nakrętką w eksykatorze co najwyżej do jednego miesiąca

3 METODY OZNACZANIA CERU

3 1 Oznaczanie ceru metodą potencjometrycznego miareczkowania

3.1.1 Zasada oznaczania. Rozpuszczenie próbki w kwasie azotowym, wytworzenie kompleksowego połączenia ceru trójwartościowego i pierwiastków towarzyszących z pirofosforanem czterosodowym Potencjometryczne miareczkowanie ceru trójwartościowego do czterowartościowego za pomocą nadmanganianu potasowego

3.1.2 Aparatura i przyrządy

a/ Urządzenie do potencjometrycznego miareczkowania

b/ Elektrody: platynowa i nasycona kalomelowa

c/ Mikro- lub półmikrobiureta /z podziałką co 0,02 cm^3/

Instytut Metalurgii Żelaza
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metalurgii Żelaza zarządzeniem Nr 11/80
z dnia 25 09 1980 r jako norma obowiązująca od dnia
1 07 1981 r

DRUK IMŻ.485.80.n.200

Cena zł

Od 01.02.1993 r. cena 160,—

3 1 3 Odczynniki i roztwory

a/ Kwas azotowy /1 4/ roztwory 1+1, 1+5

b/ Pirofosforan czterosodowy roztwór nasycony w temperaturze pokojowej

c/ Węglan sodowy lub sodowo-potasowy, roztwór nasycony.

d/ Nadmanganian potasowy 1 g nadmanganianu potasowego rozpuścić na zimno w 50 cm^3 wody przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm^3 dopełnić wodą do kreski wymieszać,

e/ Roztwór wzorcowy ceru 1 2282 g CeO_2 rozpuścić w 150 cm^3 roztworu kwasu azotowego /1+5/ i 20 cm^3 nadtlenku wodoru w zlewce pojemności 400 cm^3 ogrzewając do całkowitego rozłożenia nadtlenku wodoru /roztwor powinien być słabo żółty/

Do roztwóru dodać około 100 cm^3 wody przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3, dopełnić wodą do kreski i wymieszać 1 cm^3 roztworu zawiera 2 mg ceru

3 1 4 Wykonanie oznaczania 1 g próbki rozpuścić w 20 cm^3 roztworu kwasu azotowego /1+1/ w zlewce pojemno ci 250 cm^3 dodać około 50 cm^3 wody przenieść do kolby pomiarowej 200 cm^3, dopełnić wodą do kreski i wymieszać Do zlewki pojemności 250 cm^3 zawierającej 150 cm^3 nasyconego roztworu pirofosforanu czterosodowego dodać 20 cm^3 podstawowego roztworu próbki /100 mg/ odmierzonego pipetą Sprawdzić pH za pomocą uniwersalnego papierka wskaźnikowego, pH roztworu powinno mieścić się w zakresie 6-9

Przy zachowaniu podanych proporcji pirofosforanu i roztworu próbki pH roztworu utrzymuje się w zakresie 7,6 - 8 i nie wymaga regulowania W razie potrzeby pH roztworu należy regulować za pomocą nasyconego roztworu węglanu sodowego lub sodowo-potasowego i ro tworu kwasu azotowego /1+5/ Jeżeli po dodaniu próbki roztwór zmętnieje i wytrąci się osad trzeba przygotować nową próbę ze zwiększoną objętością roztworu pirofosforanu- 200 lub 250 cm3 w zlewce pojemności 400 cm^3 Należy przy tym zwrócić uwagę ażeby mieszanie podczas miareczkowania było bardziej intensywne niż przy mniejszej objętości roztworu Po opłukaniu elektrod zanurzyć je w roztworze próbki i zwrócić uwagę ażeby strumień miareczkującego roztworu nadmanganianu nie był skierowany wprost na elektrody

Najlepiej jest ustawić wylot rurki z roztworem nadmanganianu na wysokości około 6 cm powyżej końców zanurzonych elektrod Miareczkować do wystąpienia skoku potencjału i odczytać objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania ceru W takich samych warunkach wykonać miareczkowanie roztworu wzorcowego ceru pobierając do miareczkowania 25 cm^3 - /50 mg ceru/

Po kilkunastu pomiarach elektrodę platynową należy zregenerować przez zanurzenie w kwasie solnym /1+1/ na okres około 6 h

3,1 5, Obliczanie wyników. Zawartość ceru /x/ obliczyć w procentach wg wzoru

$$x = \frac{m \quad v_1 \quad 100}{v \quad m_1}$$

w którym: m - masa ceru w roztworze wzorcowym, mg

m_1 - masa próbki pobrana do miareczkowania mg

v - objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania roztworu wzorcowego cm^3

v_1 - objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania roztworu próbki, cm^3

3 1,6, Różnice między wynikami równoległych oznaczań nie powinny przekraczać następujących wartości

powyżej 10 0 - 30,0 % - 0,3 %

powyżej 30,0 - 60 0 % - 0 6 %

3 2 Oznaczanie ceru metodą wizualnego miareczkowania

3,2 1 Zasada oznaczania Rozpuszczenie próbki w kwasie azotowym wytworzenie kompleksowego połączenia ceru trójwartościowego i pierwiastków towarzyszących z pirofosforanem czterosodowym Miareczkowanie ceru trójwartościowego do czterowartościowego roztworem nadmanganianu potasowego do wystąpienia różowego zabarwienia od nadmiaru nadmanganianu w środowisku o pH 6-8 5

3 2 2 Odczynniki i roztwory

a/ Kwas azotowy roztwory 1+2 1+5

b/ Pirofosforan czterosodowy roztwór nasycony w temperaturze pokojowej

c/ Węglan sodowy lub sodowo-potasowy

d/ Nadmanganian potasowy 0,5 g nadmanganianu potasowego rozpuścic na zimno w 500 cm^3 wody, przenieśc do kolby pomiarowej pojemnosci 1 dm^3, dopełnić wodą do kreski i wymieszac

e/ Roztwór wzorcowy ceru 0,6141 g CeO_2 rozpuścić w 120 cm^3 kwasu azotowego 1+5 i 20 cm^3 nadtlenku wodoru w zlewce pojemności 400 cm^3 ogrzewając do całkowitego rozłożenia nadtlenku wodoru /roztwór powinien byc lekko żółty/ Do roztworu dodać około 100 cm^3 wody, przenieśc do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3, dodać 100 cm^3 nasyconego roztworu pirofosforanu czterosodowego, dopełnić wodę do kreski i wymieszać 1 cm^3 roztworu zawiera 1 mg ceru

3.2 3 Wykonanie oznaczania 0,25 g próbki rozpuścic w 15 cm^3 roztworu kwasu azotowego /1+2/ w zlewce pojemności 250 cm^3, dodac około 80 cm^3 wody przenieśc do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3 dodać 50 cm^3 roztworu pirofosforanu czterosodowego, dopełnić wodą do kreski, wymieszac

Do kolby stożkowej pojemności 300 cm^3 zawierającej 50 cm^3 nasyconego roztworu pirofosforanu czterosodowego i 50 cm^3 wody dodac 20 cm^3 roztworu próbki /20 mg/ odmierzonego pipetą, sprawdzic pH wg papierka uniwersalnego, pH roztworu powinno mieścic się w zakresie 6-8 5 W razie potrzeby pH należy regulowac przez dodatek węglanu sodowo-potasowego lub sodowego i roztworu kwasu azotowego /1+5/ Miareczkowac roztworem nadmanganianu potasowego do wystąpienia różowego zabarwienia posługując się mikro lub półmikrobiuretą Równolegle wykonac miareczkowanie roztworu wzorcowego ceru pobierając do miareczkowania 10 cm^3 /10 mg ceru/

3 2 4 Obliczanie wyników Zawartośc ceru /x/ obliczyć w procentach wg wzoru:

$$x = \frac{m \quad v_1 \quad 100}{v \quad m_1}$$

w którym:

m - masa ceru w roztworze wzorcowym, mg

m_1 - masa próbki pobrana do miareczkowania mg

v - objętośc roztworu nadmanganianu potasowego zużytego do miareczkowania roztworu wzorcowego cm^3

v_1 - objętośc roztworu nadmanganianu potasowego, zużytego do miareczkowania roztworu próbki, cm^3

3 2 5. Różnice między wynikami równoległych oznaczań nie powinny przekraczać następujących wartości

powyżej 10,0 - 30,0 % - 0,3 %

powyżej 30 0 - 60 0 % - 0,6 %

4 OZNACZANIE LANTANU METODĄ ATOMOWEJ SPEKTROMETRII ABSORPCYJNEJ

4 1. Zasada oznaczania Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym pomiar absorbancji w środowisku 60-procentowego etanolu 10,2 - procentowego chlorku potasowego, z zachowaniem parametrów wg zaleceń firmy dla stosowanego typu aparatury

4 2 Aparatura i warunki pomiaru

a/ Spektrometr do atomowej absorpcji z pełnym wyposażeniem,

b/ Lampa z katodą wnękową do oznaczania lantanu,

c/Butle z acetylenem i podtlenkiem azotu Przepływ acetylenu i podtlenku azotu nastawic tak ażeby czerwona strefa płomienia miała wysokosc 2cm

Parametry pomiarów wg zalecen firmy Perkin-Elmer

Model	Długość fali nm	Szczelina nm	Płomien	Czułość $\mu g/cm^3$	Maksimum abs dla rachunków wodnych		Zakres liniowości $\mu g/cm^2$	Natężenie prądu lampy mA
					$\mu g/cm^3$	absorb		
630	550	0 1	acetylen podtlenek azotu	45,0	2000	0,19	2500	30
400	550	0,2	- -	34 0	2000	0,19	2500	30

4.3. Odczynniki i roztwory

a/ Kwas solny /1 18/ roztwór 1+1,

b/ Etanol 96-procentowy

c/ Chlorek potasowy, roztwór 2-procentowy /m/v/: 5 g KCl rozpuścic w około 100 cm^3 wody, przenieśc do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3 uzupełnic wodą do kreski wymieszać

d/ Roztwór wzorcowy lantanu 5,8639 g tlenku lantanowego /La_2O_3/ rozpuścic na gorąco w 100 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+10/ w zlewce pojemności 400 cm^4, przenieśc do kolby pomiarowej pojemnosci 500 cm^3 i dopełnić do kreski kwasem o takim samym stężeniu, 1 cm^3 roztworu zawiera 10 mg lantanu

e/ Roztwór syntetyczny stopu pierwiastków ziem rzadkich zawierający 5,2 g ceru 1 6 g neodymu i 0,6 g prazeodymu w 200cm^3 6 387 g CeO_2 rozpuścić w 150 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+2/ w wysokiej zlewce pojemności 600 cm^3, dodawac stopniowo 100 cm^3 nadtlenku wodoru aż do całkowitego rozpuszczenia odparowac do objętości około 150 cm^3 Oddzielnie rozpuścic 1 868 g Nd_2O_3 i 0,725 g Pr_6O_{11} w 30 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+1/ dołączyc do roztworu ceru przeniesc do kolby pomiarowej pojemności 200 cm^3 dopełnic wodą do kreski, wymieszac 5 cm^3 roztworu /po dołączeniu odpowiedniej ilości roztworu wzorcowego lantanu/ odpowiada w przybliżeniu 0 25 g naturalnego stopu pierwiastków ziem rzadkich

4.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do ośmiu zlewek pojemności 150 cm^3 dodac po 5 cm^3 roztworu syntetycznego stopu pierwiastków ziem rzadkich i następnie dodawac kolejno 0; 3 0; 4,0; 5,0; 6,0; 6,5 7,0 7,5 cm^3 wzorcowego roztworu lantanu

Roztwory odparowac do wilgotnej pozostałości i rozpuścic w 5 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+1/, dodac 15 cm^3 etanolu i przenieśc do kolby pomiarowej pojemności 50 cm^3, do której dodano wcześniej 5 cm^3 roztworu chlorku potasowego Opłukac zlewkę 15 cm^3 etanolu i dołączyc do roztworu w kolbie dopełnic wodą do kreski, wymieszac Wykonac pomiar absorbancji roztworów i wykreślic krzywą zależności absorbancji od stężenia lantanu

Krzywą wzorcową należy wykreślac przy każdej serii oznaczań próbek Z tych samych roztworów wzorcowych przy wykreślaniu krzywej można korzystac w ciągu kilku dni

4.5 Wykonanie oznaczania 0,25 g próbki rozpuścić w 5 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+1/ odmierzyc cylindrem 30 cm^3 etanolu część alkoholu /około 15 cm^3/ dodac do roztworu próbki przeniesc do kolby pomiarowej pojemności 50 cm^3, do której dodano wcześniej 5 cm^3 roztworu chlorku potasowego Zlewkę opłukac resztą alkoholu dołączyc do roztworu w kolbie dopełnic wodą do kreski i wymieszac Wykonac pomiar absorbancji w tych samych warunkach jak przy wykreślaniu krzywej wzorcowej

4 6 Obliczanie wyników Zawartośc lantanu /x/ obliczyc w procentach wg wzoru:

$$x = \frac{m_1}{m} \quad 100$$

w którym:

m_1 - masa lantanu w roztworze próbki oczytana z krzywej wzorcowej, mg

m - masa odważki próbki mg

4.7 Różnice między wynikami równoległych oznaczań nie powinny przekraczac następujących wartości

powyżej 12,0 - 15,0 % - 0 4 %
powyżej 15 0 - 30,0 % - 0,8 %

5 METODY OZNACZANIA PRAZEODYMU I NEODYMU

5 1 Oznaczanie prazeodymu i neodymu metodą spektrofotometryczną

5 1 1 Zasada oznaczania Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym lub nadchlorowym odparowanie i wysuszenie celem odwodnienia kwasu krzemowego Zredukowanie ceru i śladów żelaza za pomocą siarczanu hydrazyny Pomiar absorbancji w zakresie widzialnym zabarwienia własnego jonów prazeodymu przy λ = 444 5 nm neodymu przy λ = 579 nm w środowisku 10- procentowego roztworu kwasu azotowego

5.1 2 Aparatura Spektrofotometr z pełnym wyposażeniem

5 1 3 Odczynniki i roztwory

a/ Kwas solny /1 18/ roztwory 1+1 1+2

b/ Kwas azotowy /1 4/, roztwory 1+2 10 procentowy:
100 cm^3 HNO_3 /1 4/ wlac do kolby stożkowej pojemnosci 1 dm^3 do której odmierzono 583 cm^3 wody wymieszac

c/ Kwas nadchlorowy /1 54/ roztwór 1+2 ,

d/ Siarczan hydrazyny krystaliczny

e/ Roztwór wzorcowy prazeodymu: 2,416 g Pr_6O_{11} rozpuscic w 40 cm^3 kwasu solnego /1+1/ w zlewce pojemności 250 cm^3 ogrzewac do zupełnego rozpuszczenia przenieśc do kolby pomiarowej pojemności 200 cm^3 dopełnic wodą do kreski wymieszac

1 cm^3 roztworu zawiera 10 mg prazeodymu

f/ Roztwór wzorcowy neodymu: 2 3328 g Nd_2O_3 rozpuścic w 40 cm^3 kwasu solnego 1+1 w zlewce pojemności 250 cm^3, ogrzewac do zupełnego rozpuszczenia, przenieśc do kolby pomiarowej pojemności 200 cm^3 dopełnic wodą do kreski wymieszac

1 cm^3 roztworu zawiera 10 mg neodymu

5.1.4 Przygotowanie krzywych wzorcowych prazeodymu i neodymu Do 8 zlewek pojemności 100-150 cm^3 dodac kolejno o; 0 5 1 0 2,0, 3 0 4 0 5,0 6 0 cm^3 wzorcowego roztworu prazeodymu i do tych samych zlewek kolejno 0, 0 5 1 0 2 0 3 0; 4,0 6,0 8 0 cm^3 wzorcowego roztworu neodymu Roztwory odparowac do sucha dodac po 5 cm^3 roztworu kwasu azotowego /1+1/ i znów odparowac do sucha Pozostałośc rozpuścic na gorąco w 10 cm^3 10-procentowego roztworu kwasu azotowego, dodac 0,1 g siarczanu hydrazyny ogrzewać na płycie przez około 2 min ochłodzic i przenieśc do kolby pomiarowej pojemności 25 cm^3 dopełnić 10-procentowym roztworem kwasu azotowego do kreski wymieszac

Wykonać pomiar absorbancji roztworów dla prazeodymu przy długości fali λ = 444 5 nm dla neodymu przy długości fali λ = 579 nm w kuwecie o grubości warstwy 2 cm, względem ślepej próby Wykreślić krzywą zależności absorbancji od stężenia odkładając na osi odciętych stężenie prazeodymu neodymu w mg a na osi rzędnych wartości absorbancji

5.1 5. Wykonanie oznaczania

5.1.5.1 Wykonanie oznaczania dla próbek nie zawierających chromu 0,7 g próbki rozpuścic w 8 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+2/ odparowac do sucha i pozostawić na gorącej płycie jeszcze przez 15 min Pozostałośc ochłodzić rozpuścić w roztworze kwasu azotowego /1+1/ odparowac do wilgotnych soli i rozpuścic na gorąco w około 10 cm^3 10-procentowego roztworu kwasu azotowego Dodać do roztworu 0,1 g siarczanu hydrazyny, ogrzewać pod przykryciem aż roztwór będzie klarowny i prawie bezbarwny /zabarwienie od prazeodymu i neodymu jest prawie niewidoczne gołym okiem/

Roztwór ochłodzic, przenieśc do kolby pomiarowej pojemności 25 cm^3, dopełnic do kreski 10-procentowym roztworem kwasu azotowego wymieszac Odmierzyc pipetą 10 cm^3 roztworu do kolby pomiarowej pojemności 25 cm^3 /0,3 g/ dla pomiaru neodymu, w pierwszej kolbie pozostaje 0,45 g próbki dla pomiałru prazeodymu Dopełnic obydwie kolby do kreski 10-procentowym roztworem kwasu azotowego wymieszać Roztwór przesączyc przez średni sączek wprost do kuwety i wykonac pomiar absorbancji względem ślepej próby stosując dla obydwu pierwiastków odpowiednie długości fali i kuwetę o grubości warstwy 2 cm Równolegle wykonac ślepą próbę z taką ilością odczynników jak w badanej próbce

5.1 5 2 Wykonanie oznaczania dla próbek zawierających chrom 0,75 g próbki rozpuścić w 8 cm^3 roztworu kwasu nadchlorowego 1+2 odparować do ukazania się par kwasu nadchlorowego Do gorącego roztworu na brzegu płyty dodawać stopniowo kilkanaście kropel kwasu solnego /1 18/ roztwór odparować do sucha ogrzewać na płycie jeszcze w ciągu 15 min i dalej postępować jak w 5 1 5 1

5 1 6 Obliczanie wyników Zawartość prazeodymu i neodymu /x/ obliczyć w procentach wg wzoru

$$x = \frac{m_1}{m} \quad 100$$

w którym

m_1 - masa prazeodymu neodymu w roztworze próbki odczytana z krzywej wzorcowej mg

m - masa odważki próbki, mg

5 1 7 Różnice między wynikami równoległych oznaczań nie powinny przekraczać następujących wartości:

Dla prazeodymu

powyżej 1 0 do 5,0 % - 0,2 %

powyżej 5 0 do 12 0 % - 0,5 %

dla neodymu

powyżej 2 0 do 10 0 % - 0 3 %

powyżej 10 0 do 15 0 % - 0 5 %

powyżej 15 0 do 25 0 % - 0 8 %

5 2 Oznaczanie prazeodymu i neodymu metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej

5 2 1 Zasada oznaczania Rozpuszczenie próbki w kwasie solnym pomiar absorbancji w środowisku wodnym w obecności chlorku potasowego jako czynnika zmniejszającego jonizację

5 2.2 Aparatura i warunki pomiaru

a/ Spektrometr do atomowej absorpcji z pełnym wyposażeniem

b/ Lampy z katodą wnękową jednopierwiastkowe do oznaczania prazeodymu i neodymu

Wzbudzanie w płomieniu acetylen- podtlenek azotu

Długość fali dla prazeodymu λ = 495 1 nm,

dla neodymu λ = 463 nm

Inne parametry takie jak szerokość szczeliny i natężenie prądu lampy należy ustalić doświadczalnie na podstawie danych firmowych

5 2 3 Odczynniki i roztwory

a/ Kwas solny /1 18/ roztwór 1+1

b/ Nadtlenek wodoru 30-procentowy

c/ Chlorek potasowy o stężeniu K = 50 mg/cm^3

47,5 g KCl rozpuścić w 200 cm^3 wody przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3, uzupełnić wodą do kreski wymieszać

d/ Roztwór wzorcowy prazeodymu 2 5164 g tlenku prazeodymu Pr_6O_{11} rozpuścić w 40 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+1/ w zlewce pojemności 250 cm^3 ogrzewać do zupełnego rozpuszczenia przenieść do kolby pomiarowej pojemności 200 cm^3 dopełnić wodą do kreski wymieszać 1 cm^3 roztworu zawiera 10 mg prazeodymu

e/ Roztwór wzorcowy neodymu 2 3328 g tlenku neodymu Nd_2O_3 rozpuścić w 40 cm^3 kwasu solnego 1+1 w zlewce pojemności 250 cm^3 ogrzewać do zupełnego rozpuszczenia przenieść do kolby pomiarowej pojemności 200 cm^3 dopełnić wodą do kreski wymieszać 1 cm^3 roztworu zawiera 10 mg neodymu

f/ Roztwór syntetyczny stopu pierwiastków ziem rzadkich bez prazeodymu i neodymu zawierający 6 2 g ceru i 2 8 g lantanu w 200 cm^3 6 387 g CeO_2 rozpuścić w 200 cm^3 10-procentowego roztworu kwasu azotowego w wysokiej zlewce pojemności 600 cm^3 dodając stopniowo nadtlenek wodoru /100 cm^3/ aż do zupełnego rozpuszczania tlenku ceru i odparować do objętości około 100 cm^3 Oddzielnie rozpuścić 3 2837 g tlenku lantanowego La_2O_3 w 60 cm^3 10-procentowego roztworu kwasu azotowego i dołączyć do roztworu ceru Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 200 cm^3 uzupełnić wodą do kreski wymieszać 1 cm^3 roztworu zawiera 26 mg ceru i 14 mg lantanu

5 2.4 Przygotowanie krzywych wzorcowych prazeodymu i neodymu Do dziewięciu zlewek pojemności 150 cm^3 dodac kolejno 0 0 5, 1 0 2 0, 3,0, 4 0 5,0; 6,0; 7,0 cm^3 wzorcowego roztworu prazeodymu i takie same ilości wzorcowego roztworu neodymu Do wszystkich zlewek dodac następnie po 10 cm^3 roztworu syntetycznego stopu pierwiastków ziem rzadkich roztwory odparowac do sucha, rozpuścic w 10 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+1/, przenieśc do kolb pomiarowych pojemnosci 50 cm^3, do roztworów w kolbach dodac po 3 cm^3 roztworu chlorku potasowego, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac Wykonać pomiar absorbancji prazeodymu i wykreślic krzywą zależności absorbancji od stężenia prazeodymu Dla pomiaru neodymu odebrac 25 cm^3 roztworu przenieśc do drugiej kolby pomiarowej pojemności 50 cm^3, dodac 5 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+1/, 1 5 cm^3 roztworu chlorku potasowego, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac

Wykonac pomiar absorbancji neodymu i wykreślic krzywą zależności absorbancji od stężenia neodymu

5.2 5. Wykonanie oznaczania Próbkę stopu pierwiastków ziem rzadkich o masie 0,5 g rozpuścic w 5 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+1/, dodac kilka kropel nadtlenku wodoru, odparowac do sucha i pozostawic na płycie jeszcze przez około 15 min celem odwodnienia kwasu krzemowego Pozostałośc rozpuścić w 10 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+1/, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 50 cm^3, do roztworu w kolbie dodac 3 cm^3 roztworu chlorku potasowego, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac Około 20 cm^3 roztworu przesączyc przez średni sączek do suchej zlewki pojemności 100 cm^3 i wykonac pomiar absorbancji prazeodymu w tych samych warunkach jak przy wykreślaniu krzywej wzorcowej

Dla pomiaru neodymu odebrać z kolby 25 cm^3 roztworu /0 25 g próbki/, przenieść do drugiej kolby pomiarowej pojemności 50 cm^3, dodac 5 cm^3 roztworu kwasu solnego /1+1/, 1,5 cm^3 roztworu chlorku potasowego, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac Roztwór przesączyc przez średni sączek do suchej zlewki pojemności 100 cm^3 i wykonac pomiar absorbancji neodymu w tych samych warunkach jak przy wykreślaniu krzywej wzorcowej

5 2.6. Obliczanie wyników. Zawartośc prazeodymu i neodymu /x/ obliczyc w procentach wg wzoru:

$$x = \frac{m_1}{m} \quad 100,$$

w którym:

m_1 - masa prazeodymu neodymu w roztworze badanej próbki odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m - masa odważki próbki, mg

5.2.7. Różnice między wynikami równoległych oznaczań nie powinny przekraczac następujących wartości

dla prazeodymu

powyżej 1,0 do 5,0 % - 0,2 %

powyżej 5 0 do 12,0 % - 0,5 %

dla neodymu

powyżej 2,0 do 10,0 % - 0,3 %

powyżej 10,0 do 15 0 % - 0 5 %

powyżej 15,0 do 25,0 % - 0,8 %

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE DO
BN-80/0602-47

1 Instytucja opracowująca normę - Instytut Metalurgii Żelaza - Gliwice

2 Normy i dokumenty związane
PN-78/H-01039 - Analiza chemiczna surówki żelaza i stali Ogólne wytyczne

3 Autor projektu normy - mgr inż Michalina Panz , mgr inż Krystyna Grelewska
mgr inż Krystyna Świderska