НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ
ТЕХНОЛОГИИ ХИМИЧЕСКОГО И НЕФТЯНОГО АППАРАТОСТРОЕНИЯ
(ВНИИПТхимнефтеаппаратуры)

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В.А.Лапов

АТТЕСТАТ
НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ЦЕРИЯ В УГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ ПРИ КОНТРОЛЕ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

РДМ 929-22-93

Срок действия установлен с I декабря 1992
до I декабря 1997

Заведующий отделом №29
канд.техн.наук В.Л.Мирочник

Исполнители:
по разработке методики
выполнения измерений
науч.сотрудник Т.Н.Очкова
лаборант У разряда А.Н.Тушинская
по метрологической экспертизе
ведущий инженер-метролог Г.Н.Михайлова

Волгоград 1992

gost.e-ecolog.ru

Настоящий аттестат распространяется на углеродистые стали и устанавливает фотометрический метод определения церия в диапазоне от 0,005 до 0,5 %.

Методика предназначена для контроля исходных материалов, технологических процессов и готовой продукции.

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Общие требования к методам анализа по ГОСТ 22536.0-87.

I.2. Отбор, подготовку и хранение проб проводят в соответствии с ГОСТ 7565-81.

I.3. Определение массовой доли церия в углеродистой стали проводят в двух параллельных навесках.

Случайная погрешность взвешивания ± 0,0002 г.

В тех же условиях, что и пробы, проводят не реже одного раза в смену анализ двух навесок стандартного образца материала с химическим составом, соответствующим требованиям настоящего аттестата на методику определения массовой доли церия.

Массовая доля церия в стандартном образце и в анализируемой пробе не должна отличаться более чем в два раза. Допускается получать большие количества анализируемого компонента путем употребления разных по величине навесок анализируемого материала и стандартного образца, если содержание анализируемого компонента в стандартном образце и в пробах отличается не более чем в три раза.

Тип стандартного образца для контроля правильности устанавливает начальник химической лаборатории.

I.4. За окончательный результат анализа принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений при выполнении следующих требований к точности результатов:

- расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать величин, допускаемых для доверительной вероятности 0,95 расхождений, приведенных в табл.I;

- воспроизведенная в стандартном образце массовая доля церия (среднее арифметическое двух параллельных результатов анализа) не должна отличаться от аттестованной более чем на половину величины допускаемых расхождений, приведенных в табл.I.

Таблица I

Массовая доля перия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,010	0,005
Св. 0,010 " 0,020	0,007
" 0,020 " 0,050	0,010
" 0,050 " 0,10	0,020
" 0,10 " 0,50	0,040

I.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.I.4 , проводят повторные измерения массовой доли перия. Если при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин,вызвавших нарушение нормального хода анализа.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерение массовой доли перия в углеродистой стали следует выполнять фотометрическим методом,который основан на цветной реакции перия с арсеназо Ш,окрашивающим раствор в красно-фиолетовый цвет (λ= 660 нм) в слабокислой среде. Цветная реакция развивается сразу после добавления реагента и устойчива в течение суток. Чувствительность метода повышается при добавлении в аликвотную часть этилового спирта.

Интенсивность окрашивания пропорциональна массовой доле перия. Чувствительность метода 0,0000025 г в 50 $см^3$ раствора. Избирательность цветной реакции невысока: мешают железо,медь,ниобий,титан,хром,ванадий и др.элементы.

Мешающее влияние элементов устраняют осаждением перия в виде оксалата при pH 3,применяя в качестве коллектора хлористый кальций.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.I. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со всеми принадлежностями.

3.3. Фильтры обеззоленные синяя лента по ТУ 6-09-1678-77.

3.4. Приборы мерные лабораторные стеклянные.Бюретки,пипетки по ГОСТ 20292-74.

3.5. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы по ГОСТ 1770-74.

3.6. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.7. Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, разбавленная 1:1 и раствор концентрации 0,01 моль/дм³.

3.8. Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

3.9. Кислота щавелевая по ГОСТ 22180-76, насыщенный раствор.

3.10. Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

3.11. Пергидроль по ГОСТ 10929-76.

3.12. Кальций хлористый по ГОСТ 4141-66, раствор с массовой концентрацией 44 г/дм³.

3.13. Арсеназо Ш по ТУ 6-09-4151-75, раствор с массовой концентрацией 0,4 г/дм³.

3.14. Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815-76, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

3.15. Буферный раствор с pH 1,8.

3.16. Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962-67.

3.17. Стандартный раствор иерия, содержащий в 1 см³ 0,001 г иерия.

При изменении данной научно-технической документации реактивы, посуда и приборы мерные лабораторные должны удовлетворять требованиям вновь введенной документации.

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Арсеназо Ш, раствор с массовой концентрацией 0,4 г/дм³ готовят следующим образом: 0,2 г арсеназо Ш растворяют в 0,01 н соляной кислоты, переводят в мерную колбу емкостью 500 см³ и доводят до метки соляной кислотой концентрации 0,01 моль/дм³.

4.2. Буферный раствор с pH 1,8 готовят следующим образом: 83 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,2 моль/дм³ смешивают с 250 см³ раствора хлористого калия концентрации 0,2 моль/дм³, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают.

4.3. Стандартный раствор иерия (А) готовят следующим образом: 1,443 г соли сернокислого иерия 4-водного помещают в термостойкий стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой и приливают при перемешивании соляную кислоту концентрированную до полного растворения соли, выпаривают почти досуха, до полного удаления хлора, образовавшегося в результате окисления соляной кислоты сернокислым иерием. Сухой остаток растворяют в соляной кислоте концентрации 0,1 моль/дм³, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки соляной

концентрации 0,1 моль/дм³
кислотой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г церия.

Раствор (Б) готовят следующим образом:

5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором 0,01 Н соляной кислоты и перемешивают, 1 см³ содержит 0,00005 г церия.

Титр стандартного раствора устанавливают следующим образом: отбирают 3 аликвотные части раствора по 50 см³, помещают в стаканы вместимостью 300 см³, приливают 50 см³ горячего раствора щавелевой кислоты, с массовой концентрацией 10 г/дм³, по каплям аммиак водный, доводят pH до 3, подогревают до 80 °С и оставляют на ночь. Осадок отфильтровывают на фильтр "синяя лента", промывают от 5 до 6 раз щавелевой кислотой, с массовой концентрацией 10 г/дм³, переносят в фарфоровый тигель, озоляют и прокаливают при $t = 800^0$С до постоянного веса. Взвешивают в виде CeO_2. Титр стандартного раствора (Т), выраженный в г/см³, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{m \cdot 0,8141}{V},$$

где V – объем раствора, взятый для анализа, см³;

m – масса осадка в анализируемом образце, г;

0,8141 – коэффициент пересчета массы осадка окисла церия на церий.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Навески стали массой от 0,25 до 0,5 г в зависимости от массовой доли церия помещают в стакан, вместимостью 300 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании. По окончании растворения прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и кипятят до небольшого объема. Разбавляют раствор водой до 150 см³, приливают 80 см³ щавелевой кислоты, 5 см³ раствора хлористого кальция и приливают по каплям аммиак водный до появления белой мути и в избытке от 1 до 2 капель. После осаждения оксалатов достигается при pH = 3-4, который проверяют по индикаторной универсальной бумаге. Раствор с выпавшим осадком оставляют на ночь.

Осадок отделяют на фильтре "синяя лента", промывают раствором щавелевой кислоты с массовой концентрацией 10 г/дм³. Промытый осадок вместе с фильтром помещают в фарфоровый тигель, озоляют и прокаливают при температуре от 700 до 800°С в течение 45 минут. Тигли с прокаленным осадком охлаждают, осадок осторожно смачивают водой, приливают 5 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ и несколько капель пергидроля. Содержимое тигля количественно переносят в стакан вместимостью 100 см³ и упаривают досуха. Сухой остаток растворяют 0,01 Н растворе соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100см³, доводят до метки

той же кислотой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора от I,0 до I0,0 $см^3$, (табл.2), помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, приливают 5 $см^3$ буферного раствора, 5 $см^3$ арсеназо Ш, 25 мл спирта, доводят до метки 0,0I Н раствором соляной кислоты и перемешивают. Оптическую плотность измеряют на спектрофотометре при длине волны 66 или фотоколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале 650-660 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм.

В качестве контрольного опыта применяют навеску стали, близкой по химическому составу к анализируемой,но не содержащей церий и проведенной через все стадии анализа.

Таблица 2

Массовая доля церия, %	Масса навески стали, г	Общий объем раствора, $см^3$	Объем аликвотной части раствора,$см^3$
От 0,005 до 0,0I	0,5	I00	I0
Св. 0,0I " 0,05	0,5	I00	5
" 0,05 " 0,I0	0,5	I00	2
" 0,I0 " 0,50	0,25	I00	I

6. ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА

Навески стандартных образцов с химическим составом,соответствующим требованиям настоящего аттестата,проводят через все стадии анализа.

Градуировочный график строят не менее чем по пяти точкам, равномерно распределяя их по всему диапазону определяемой массовой доли церия.

В шесть стаканов вместимостью 300 $см^3$ помещают массу навески железа или стали, не содержащей церия,равную анализируемой пробе и 0,5; I,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ стандартного раствора Б,что соответствует 0,005; 0,0I; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; и 0,I % церия при навеске массой 0,5 г и аликвотной части раствора пробы I0 $см^3$. Содержимое стакана растворяют в 30 $см^3$ соляной кислоты и далее анали ведут как указано в п.5.

Проверку градуировочного графика осуществляют не реже одного раза в смену по одному или нескольким стандартным образцам стали или типового раствора.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю церия (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100,$$

где m_1 - масса церия в аликвотной части анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 - масса церия в контрольном опыте, найденная по градуировочному графику, г;

m - масса навески стали, соответствующая аликвотной части анализируемого раствора, г.

8. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений массовой доли церия в углеродистой стали должны выполняться требования, которые установлены инструкцией по технике безопасности при работе в химической лаборатории, утвержденной главным инженером предприятия.

КОМИТЕТ
Российской Федерации
по машиностроению
125047, Москва,
1-я Тверская-Ямская ул., 1,3
Для телеграмм: А-47
Для телетайпа: ЛУЧ 207279

13.06.96. № 21/2-2-373

на №_____от_____

Руководителям организаций
(По списку)

О снятии ограничения срока действия отраслевых документов по стандартизации

Управление по развитию химического и нефтяного машиностроения утвердило перечни отраслевых стандартов и руководящих технических материалов, с которых снимается ограничение срока действия.

Данное решение продиктовано необходимостью сохранения действующим фонда документов по стандартизации отраслевого уровня, не утративших своей технической актуальности, а также приведения их в соответствие с требованиями ГОСТ1.4-93, который не устанавливает для таких документов ограничения срока действия.

В целях поддержания современного научно-технического уровня документов указанных в перечнях и информирования предприятий о снятии ограничения их срока действия ОБЯЗЫВАЮ:

1. Разработчиков указанных документов (держателей подлинников), по мере необходимости осуществлять их проверку с целью внесения в них изменений, переиздания или отмены в установленном порядке, учитывая при этом современный уровень развития техники, предложения пользователей этими документами и потребителей продукции.

2. Головной организации отрасли по стандартизации АО "НИИхиммаш" представить в вышестоящую организацию по стандартизации информацию о снятии ограничения срока действия с отраслевых стандартов, указанных в перечне;

3. Ведущим организациям по стандартизации в соответствии со своей специализацией информировать предприятия о снятии ограничения срока действия документов, указанных в перечнях.

Приложение. 1. Перечень отраслевых стандартов.
2. Перечень руководящих технических материалов.

Начальник Управления по развитию
химического и нефтяного машиностроения В.Н.Бондарев

Исп. Сарычев С.А.
тел. 209-86-64

Приложение

Перечень нормативно-технических документов, разработанных АООТ "ВНИИПТхимнефтеаппаратуры" и подлежащих снятию ограничения срока действия

ГОСТ I6098-80
ГОСТ I9664-74
ГОСТ 26I82-84
ОСТ 26-5-88
ОСТ 26-2079-89
ОСТ 26-II-03-84
ОСТ 26.260.454-93
ОСТ 26-II-09-85
ОСТ 26-II-I0-93
ОСТ 26-II-II-86
ОСТ 26-II-I4-88
ОСТ 26-I7-0I-83
ОСТ 26-I7-027-88
ОСТ 26-I7-02-83
РД 26-3-86
РД 26-4-87
РД 26-8-87
РТМ 26-9-87
РДМ 26-I5-80
РТМ 26-44-82
РТМ 26-I23-73
РТМ 26-I60-73
РТМ 26-I68-8I
РТМ 26-225-75
РТМ 26-298-78
РТМ 26-303-78
РТМ 26-I7-0I2-83
РТМ 26-362-80
РТМ 26-363-80
РТМ 26-364-80
РТМ 26-365-80
~~РТМ 26-365-80~~
РТМ 26-366-80
РТМ 26-378-8I
РТМ 26-38I-8I
РД 26-02-77-88
РДМУ 26-07-0I-78
РД 26-II-0I-85
РД 26-II-06-86
РД 26-II-I5-87
РТМ 26-I7-034-84
РД 26-I7-048-85
РД 26-I7-049-85
РД 26-I7-05I-85
РД 26-I7-77-87
РД 26-I7-78-87
РД 26-I7-086-88
МИ I400-86
ТУ 26-I7-034-87
ТУ 26-I7-035 87
ТУ 26-I7-037-87
ТУ 26-I7-047-88
ТУ 26-246-83
ТУ 26-37-80
ГОСТ 2642I-85
ОСТ 26-02-I0I5-85
РД РТМ 26-339-79
РТМ 26-02-63-87
ТУ I4-I-9I4-74
ТУ I4-I-2404-78
ТУ I4-I-2405-78
ТУ I4-I-3333-82
ТУ I4-I-4I50-86
ТУ I4-I-4I75-86
ТУ I4-I-4I8I-86
ТУ I4-I-42I2587
ТУ I4-3-I074-82
ТУ 26-0303-I532-84
ТУ 929-45-93
РД 24.200.I3-90
РД 24.200.04-90
РД 24.200.II-90
РД 24.942.02-90
РДМ 929-0I-93
РДМ 929-02-93
РДМ 929-03-93
РДМ 929-04-93
РДМ 929-05-93
РДМ 929-06-93
РДМ 929-07-93
РДМ 929-08-93
РДМ 929-09-93
РДМ 929-I0-93
РДМ 929-II-93
РДМ 929-I2-93
РДМ 929-I3-93
РДМ 929-I4-93
РДМ 929-I5-93
РДМ 929-I6-93
РДМ 929-I7-93
РДМ 929-I8-93
РДМ 929-I9-93
РДМ 929-20-93
РДМ 929-2I-93
РДМ 929-22-93
РДМ 929-23-93

gost.e-ecolog.ru

V — снято ограничение срока действия письмом Управления по развитию химии и нефтехимии №2II/2-3I3 от I3.06.96