

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦЕРИЯ

ГОСТ 12364—84

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. П. Лякишев, В. Т. Абабков, С. М. Новокщенова, М. С. Дымова, Р. Д. Малинина, Е. Д. Шувалова, Т. Н. Артемова

ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

Член коллегии **В. Г. Антипин**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 января 1984 г. № 232

УДК 669.15—194:546.655.06:006.354 Группа В39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

Методы определения церия

Steels alloyed and highalloyed Methods for the determination of certium

ГОСТ 12364—84

Взамен ГОСТ 12364—66

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 января 1984 г. № 232 срок действия установлен

с 01.01.85
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения церия (при массовой доле от 0,002 до 0,05 %), амперометрический метод определения церия (при массовой доле от 0,005 до 0,2 %) в легированных и высоколегированных сталях.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20560—81.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на способности церия (IV) окислять ортотолидин в сернокислой среде с образованием окрашенного в желтый цвет соединения и последующем измерении оптической плотности раствора на спектрофотометре при длине волны 434 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 410 до 480 нм.

Церий отделяют от основных компонентов стали осаждением в виде фторида с последующим переосаждением его в виде оксалата.

В качестве коллектора используют лантан.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1984

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр, спектрофотоколориметр или фотоэлектроколориметр.

Термометр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленая 1 : 1, 1 : 20.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1.

Смесь соляной и азотной кислот, свежеприготовленная: к 150 см^3 соляной кислоты приливают 50 см^3 азотной кислоты и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Кислота щавелевая, насыщенный раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3 и разбавленная с массовой концентрацией 10 г/дм^3.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, растворы с массовой концентрацией 35 и 2 г/дм^3.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, растворы с массовой концентрацией 35 и 2 г/дм^3.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, насыщенный раствор при 50°С

Смесь борной и соляной кислот: к 300 см^3 раствора борной кислоты приливают 500 см^3 соляной кислоты, 1200 см^3 воды и перемешивают.

Лантан азотнокислый, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3: 10 г азотнокислого лантана растворяют в 200 см^3 соляной кислоты (1 : 20) при нагревании. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности «белая лента» в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают

Железо карбонильное марки ПС по ГОСТ 13610—79.

Ортотолидин, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/дм^3. 0,05 г ортотолидина растворяют в 20 см^3 горячей серной кислоты (1 : 1) при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Промывной раствор: к 50 см^3 воды приливают 10 капель серной кислоты, 5 см^3 раствора ортотолидина, доливают до 100 см^3 водой и перемешивают.

Универсальная индикаторная бумага, pH 1—10.

Церий азотнокислый, ос. ч.

Стандартные растворы церия.

Раствор А: 3,1 г азотнокислого церия $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ помещают в стакан вместимостью 200—250 см^3, приливают 60—70 см^3 воды, 5 см^3 азотной кислоты и нагревают до полного растворения. Раствор охлаждают, отфильтровывают через фильтр средней плотности «белая лента» в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А содержит приблизительно 0,001 г церия.

Массовую концентрацию церия в 1 см³ раствора А устанавливают гравиметрическим методом.

Для этого аликвотную часть 50 см³ азотнокислого раствора церия помещают в стакан, приливают 5 см³ соляной кислоты и раствор выпаривают до влажных солей. Прибавляют 40 см³ насыщенного раствора щавелевой кислоты, кипятят 3—4 мин и оставляют стоять 12 ч.

Осадок отфильтровывают на двойной плотный фильтр «синяя лента» и средней плотности «белая лента» с добавлением небольшого количества беззольной бумажной массы.

Стакан и осадок на фильтре промывают 5—6 раз разбавленным раствором щавелевой кислоты. Фильтр с осадком помещают в прокаленный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют при 400—450°С, прокаливают при 800°С в течение 1 ч, охлаждают и взвешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора церия (T), г/см³, вычисляют по формуле

$$T=\frac{|(m_1-m_2)-(m_3-m_4)|\cdot 0{,}8141}{V},$$

где m_1 — масса тигля с осадком диоксида церия, г;

m_2 — масса тигля без осадка диоксида церия, г;

m_3 — масса тигля с осадком контрольного опыта, г;

m_4 — масса тигля без осадка контрольного опыта, г;

0,8141 — коэффициент пересчета диоксида церия на церий;

V — объем раствора азотнокислого церия, взятый для установки массовой концентрации раствора церия, см³.

Раствор Б: 25 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г церия.

Раствор В: 25 см³ стандартного раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,00001 г церия.

Вода дистиллированная, не содержащая CO_2. Воду кипятят в течение 1 ч и охлаждают в колбе, закрытой пробкой с V-образной трубкой, заполненной натронной известью.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Берут навеску стали массой в соответствии с табл. 1 и помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см³, приливают 30—40 см³ смеси соляной и азотной кислот. Стакан накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании.

Раствор охлаждают, обмывают стекло и стенки стакана 3—5 см³ воды и выпаривают до влажных солей. К содержимому стакана приливают 5—7 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают раствор до влажных солей. Приливают 5 см³ соляной кислоты и растворяют содержимое стакана при нагревании. Затем приливают 60 см³ воды, добавляют небольшое количество беззольной бумажной массы, 5 см³ раствора азотнокислого лантана, 60—70 см³ раствора фтористого натрия с массовой концентрацией 35 г/дм³. Если сталь содержит свыше 3 % алюминия, добавляют 80—100 см³ раствора фтористого натрия. Если в стали содержится титан, вольфрам или ниобий, добавляют 60—70 см³ раствора фтористого аммония с массовой концентрацией 35 г/дм³.

Таблица 1

Массовая доля церия, %	Масса навески стали, г
От 0,002 до 0,005 включ	1,00
Св 0,005 » 0,01 »	0,50
» 0,01 » 0,02 »	0,25
» 0,02 » 0,05 »	0,10

Раствор с осадком выдерживают в течение 40—45 мин, периодически перемешивая.

Осадок фторидов отфильтровывают на двойной плотный фильтр «синяя лента» и средней плотности «белая лента», промывают 6—7 раз соответственно раствором фтористого натрия или аммония с массовой концентрацией 2 г/дм³. Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют в 120 см³ горячей смеси борной и соляной кислот (порциями по 20 см³), собирая раствор в стакан или колбу, в котором проводилось осаждение фторидов Фильтр промывают 5—6 раз горячей водой, присоединяя промывную жидкость к основному фильтрату. Фильтр отбрасывают.

Раствор выпаривают до влажных солей Стенки стакана обмывают 30—40 см³ воды и растворяют содержимое стакана при нагревании. Приливают 30 см³ насыщенного раствора щавелевой кислоты и раствор аммиака до pH 2 по универсальному индикатору при интенсивном перемешивании. Раствор с осадком нагревают до кипения, выдерживают при 85—90°С 30—40 мин, разбавляют водой до 120 см³ и охлаждают. Через 12—18 ч осадок оксалатов отфильтровывают на двойной фильтр плотный «синяя лента» и средней плотности «белая лента» с добавлением небольшого количества беззольной массы, промывают 5—6 раз разбавленным раствором щавелевой кислоты Фильтрат отбрасывают. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, высушивают, озоляют

при 400—450°С, прокаливают при 800°С в течение 1 ч и охлаждают.

Тигель с осадком диоксида церия прокаливают непосредственно перед определением церия с ортотолидином.

К содержимому тигля прибавляют 10 капель горячей серной кислоты, тщательно растирают сухой стеклянной палочкой в течение 2 мин, прибавляют 3 см^3 раствора ортотолидина, опять перемешивают в течение 1 мин, приливают 5 см^3 воды. Раствор отфильтровывают через вату, предварительно промытую промывным раствором, в мерную колбу вместимостью 50 см^3, промывают тигель и вату 3—4 раза водой, доливают раствор водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 434 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн от 410 до 480 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм через 5 мин после прибавления ортотолидина. Окраска устойчива в течение 5—10 мин. В качестве раствора сравнения используют воду. Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Содержание церия находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В семь стаканов или колб вместимостью 250—300 см^3 помещают навески стали, аналогичной по составу, но не содержащей церия, в соответствии с табл. 1. В шесть стаканов или колб приливают последовательно 1, 2, 3, 4, 5, 6 см^3 стандартного раствора В. Седьмой стакан служит для проведения контрольного опыта.

Во все стаканы приливают по 30 см^3 смеси соляной и азотной кислот, стаканы накрывают часовыми стеклами и растворяют навески при умеренном нагревании.

Далее поступают как указано в п. 2.3.1.

Из значения оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

По найденным величинам оптической плотности растворов и соответствующим им значениям концентраций церия строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю церия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{m\cdot 100}{m_1},$$

где m — масса церия, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески стали, г.

2 4 2 Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, приведенных в табл 2

Таблица 2

Массовая доля церия %	Абсолютные допускаемые расхождения %
От 0,002 до 0,005 включ	0,002
Св 0,005 » 0,010 »	0,005
» 0,010 » 0,020 »	0,007
» 0,020 » 0,05 »	0,010
» 0,05 » 0,1 »	0,020
» 0,1 » 0 2 »	0 040

3. АМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3 1 Сущность метода

Метод основан на титровании церия (IV) раствором двойной сернокислой соли закиси железа — аммония в сернокислой среде на амперометрической установке с двумя платиновыми электродами при потенциале 0,5 В или с платиновым и каломельным электродами при потенциале 0,9 В по току окисления избыточных ионов железа (II)

Церий ((III) окисляют до церия (IV) марганцовокислым калием с последующим восстановлением его избытка азотистокислым натрием и связыванием последнего мочевиной

Церий отделяют от основных компонентов стали осаждением в виде фторида с последующим переосаждением его в виде оксалата. В качестве коллектора используют лантан

3 2 Аппаратура, реактивы и растворы

Амперометрическая установка с двумя платиновыми электродами или с платиновым и каломельным электродами

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 1, 1 20.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 1

Смесь соляной и азотной кислот свежеприготовленная к 150 $см^3$ соляной кислоты приливают 50 $см^3$ азотной кислоты и перемешивают

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, растворы с массовой концентрацией 35 и 2 $г/дм^3$

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, растворы с массовой концентрацией 35 и 2 $г/дм^3$

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, насыщенный раствор при 50°С

Смесь борной и соляной кислот: к 300 см³ раствора борной кислоты приливают 500 см³ соляной кислоты, 1200 см³ воды и перемешивают.

Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289—78, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³ вольфрама: 17,94 г вольфрамовокислого натрия помещают в стакан, растворяют в 200—250 см³ воды, прибавляют при перемешивании 15 г гидроокиси натрия.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Калий пирофосфорнокислый, раствор с массовой концентрацией 800 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Лантан азотнокислый, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³: 10 г азотнокислого лантана растворяют в 200 см³ соляной кислоты (1 : 20) при нагревании. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности «белая лента» в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, раствор с массовой концентрацией хрома 10 г/дм³: 28,29 г двухромовокислого калия растворяют в 150—200 см³ воды, приливают 90 см³ серной кислоты (1 : 1) и прибавляют небольшими порциями 50 г сернистокислого натрия до перехода окраски раствора из оранжево-желтой в зеленую. Затем осторожно кипятят до удаления избытка сернистого газа. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Титан по ГОСТ 19807—77, раствор с массовой концентрацией титана 1 г/дм³: 1 г металлического титана помещают в стакан, приливают 10—20 см³ воды, 100 см³ серной кислоты (1 : 1) и растворяют при нагревании. После полного растворения навески приливают 3—5 капель азотной кислоты, выпаривают до выделения паров серной кислоты, охлаждают, обмывают стенки стакана водой, снова выпаривают до выделения паров серной кислоты и охлаждают. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, приливают 100 см³ серной кислоты (1 : 1), охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

Пятиоксид ванадия, раствор с массовой концентрацией ванадия 1 г/дм³: 1,7852 г пятиоксида ванадия, предварительно прокаленного при 400—500°С до постоянной массы, помещают в стакан, прибавляют 50 см³ серной кислоты и нагревают до растворения навески. Затем осторожно приливают 5 см³ азотной кислоты и выпаривают до выделения паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до выделения паров серной кислоты. Соли растворяют в 200—250 см³ воды при нагревании, раствор фильтруют через

фильтр средней плотности «белая лента» в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой. К раствору в колбе приливают при перемешивании 100 см³ серной кислоты (1 : 1). Раствор охлаждают, разбавляют водой до метки, перемешивают.

Железо карбонильное марки ПС по ГОСТ 13610—79.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Кислота щавелевая, насыщенный раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³ и разбавленная с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195—77.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76.

Церий азотнокислый, ос. ч.

Стандартные растворы церия.

Раствор А: 3,1 г азотнокислого церия, $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, приливают 60—70 см³ воды, 5 см³ азотной кислоты и нагревают до полного растворения. Раствор охлаждают, отфильтровывают через фильтр средней плотности «белая лента» в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А содержит приблизительно 0,001 г церия.

Массовую концентрацию церия в 1 см³ раствора А устанавливают гравиметрическим методом.

Для этого аликвотную часть 50 см³ азотнокислого раствора церия помещают в стакан, приливают 5 см³ соляной кислоты и раствор выпаривают до влажных солей. Прибавляют 40 см³ насыщенного раствора щавелевой кислоты, кипятят 3—4 мин и оставляют стоять 12 ч.

Осадок отфильтровывают на двойной фильтр плотный «синяя лента» и средней плотности «белая лента» с добавлением небольшого количества беззольной бумажной массы.

Стакан и осадок на фильтре промывают 5—6 раз разбавленным раствором щавелевой кислоты. Фильтр с осадком помещают в прокаленный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют при 400—450°С, прокаливают при 800°С в течение 1 ч, охлаждают и взвешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора церия (T), г/см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0{,}8141}{V},$$

где m_1 — масса тигля с осадком диоксида церия, г;

m_2 — масса тигля без осадка диоксида церия, г;

m_3 — масса тигля с осадком контрольного опыта, г;

m_4 — масса тигля без осадка контрольного опыта, г;

0,8141 — коэффициент пересчета диоксида церия на церий;

V — объем раствора азотнокислого церия, взятый для установки массовой концентрации раствора церия, см³.

Раствор Б: 25 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г церия.

Раствор В: 25 см³ стандартного раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,00001 г церия.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72.

Раствор соли закиси железа и аммония двойной сернокислой с молярной концентрацией эквивалента приблизительно 0,0025 моль/дм³: 1 г соли закиси железа и аммония двойной сернокислой помещают в стакан и растворяют в 200—250 см³ воды, осторожно приливают 50 см³ серной кислоты, охлаждают, доливают водой до 1 дм³, тщательно перемешивают и фильтруют через фильтр средней плотности «белая лента».

Массовую концентрацию двойной сернокислой соли закиси железа и аммония устанавливают по стандартному раствору церия.

Для этого в стакан вводят стандартный раствор церия, растворы титана, хрома, вольфрама, ванадия и навеску карбонильного железа в количествах, соответствующих массе их в навеске анализируемого образца, приливают 40—50 см³ смеси кислот и далее поступают как указано в п. 3.3.

Допускается установка массовой концентрации двойной сернокислой соли закиси железа и аммония по стандартному раствору церия, добавленному к навескам стали, аналогичной по составу с испытуемой, но не содержащей церий.

Анализ проводят как указано в п. 3.3.

Массовую концентрацию двойной сернокислой соли закиси железа и аммония (T_1) по церию, г/см³, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{m}{V_1 - V_2},$$

где m — масса церия в аликвотной части стандартного раствора, взятого для титрования, г;

V_1 — объем раствора двойной сернокислой соли закиси железа и аммония, израсходованный на титрование стандартного раствора церия, см³;

V_2 — объем раствора двойной сернокислой соли закиси железа и аммония, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

Универсальная индикаторная бумага, pH 1—10.

3.3. Проведение анализа

Навеску стали массой в соответствии с табл. 3 помещают в стакан или колбу вместимостью 250 см³, приливают 30—40 см³ смеси соляной и азотной кислот, стакан накрывают часовым стеклом и растворяют навеску при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, обмывают стекло и стенки стакана 3—5 см³ воды и выпаривают раствор до влажных солей. К содержимому стакана приливают 5—7 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают раствор до влажных солей. Приливают 5 см³ соляной кислоты и растворяют содержимое стакана при нагревании. Затем приливают 60 см³ воды, добавляют небольшое количество беззольной бумажной массы, 5 см³ раствора азотнокислого лантана, 60—70 см³ раствора фтористого натрия с массовой концентрацией 35 г/дм³. Если массовая доля алюминия в стали свыше 3%, добавляют 80—100 см³ раствора фтористого натрия. Если в стали содержится титан, вольфрам или ниобий, добавляют 60—70 см³ раствора фтористого аммония с массовой концентрацией 35 г/дм³.

Таблица 3

Массовая доля церия, %	Масса навески стали, г
От 0,005 до 0,05 включ.	1,0
Св. 0,05 » 0,1 »	0,5
» 0,1 » 0,2 »	0,25

Раствор с осадком выдерживают в течение 40—45 мин, периодически перемешивая.

Осадок фторидов отфильтровывают на двойной фильтр плотный «синяя лента» и средней плотности «белая лента», промывают 6—7 раз соответственно раствором фтористого натрия или аммония с массовой концентрацией 2 г/дм³. Фильтрат отбрасывают.

Осадок на фильтре растворяют в 120 см³ горячей смеси борной и соляной кислот (порциями по 20 см³), собирая раствор в стакан (колбу), в котором проводилось осаждение фторидов. Фильтр промывают 5—6 раз горячей водой, присоединяя промывную жидкость к основному фильтрату. Фильтр отбрасывают.

Раствор выпаривают до влажных солей. Стенки стакана обмывают 30—40 см³ воды и растворяют содержимое стакана при

нагревании. Приливают 30 см³ насыщенного раствора щавелевой кислоты, раствор аммиака до pH 2 по универсальному индикатору при интенсивном перемешивании. Раствор с осадком нагревают до кипения, выдерживают при 85—90°С в течение 30—40 мин, разбавляют водой до 120 см³ и охлаждают. Через 12—18 ч осадок оксалатов отфильтровывают на двойной фильтр плотный «синяя лента» и средней плотности «белая лента» с добавлением небольшого количества беззольной бумажной массы, промывают 5—6 раз разбавленным раствором щавелевой кислоты. Фильтрат отбрасывают. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, высушивают, озоляют при 400—450°С, прокаливают при 800°С в течение 1 ч и охлаждают.

Осадок оксидов церия и лантана переносят в стакан, приливают 5—10 см³ соляной кислоты, 3—5 см² азотной кислоты и 1—2 см³ перекиси водорода и кипятят до растворения оксидов церия и лантана. Приливают 8 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до выделения паров серной кислоты.

Соли растворяют в 10—15 см³ воды при нагревании, доливают объем раствора до 25—35 см³.

В стакан погружают электроды, включают мешалку и устанавливают напряжение 0,9 В при титровании с платиновым и каломельным электродами или 0,5 В с двумя платиновыми электродами. Приливают 10 см³ пирофосфата калия и перемешивают раствор.

Через 10 мин к раствору приливают по каплям раствор марганцовокислого калия до розовой окраски, не исчезающей в течение 2 мин. Избыток марганцовокислого калия восстанавливают, приливая по каплям раствор азотистокислого натрия, и приливают 5 см³ раствора мочевины.

Отмечают на миллиметровой бумаге начальное положение стрелки гальванометра, добавляют из микробюретки порциями по 0,2 и 0,1 см³, а затем по 0,05—0,02 см³ раствора соли Мора, наносят на бумаге соответствующие каждой добавке реактива значения силы тока. Сначала стрелка гальванометра неподвижна, а после точки эквивалентности резко движется вправо.

Строят кривую титрования: по оси абсцисс откладывают расход двойной сернокислой соли закиси железа и аммония, по оси ординат — величину силы тока. Находят точку эквивалентности.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю церия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T_1(V_1 - V_2) \cdot 100}{m},$$

где T_1 — массовая концентрация раствора двойной сернокислой соли закиси железа и аммония по церию, г/см^3;

V_1 — объем раствора двойной сернокислой соли закиси железа и аммония, израсходованный на титрование испытуемого образца, см^3;

V_2 — объем раствора двойной сернокислой соли закиси железа и аммония, израсходованный на титрование контрольного опыта, см^3;

m — масса навески стали, г.

gost.e-ecolog.ru

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значения, приведенных в табл. 2.