Группа Л09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УСТАНОВКИ ДИСТИЛЛЯЦИОННЫЕ ОПРЕСНИТЕЛЬНЫЕ СТАЦИОНАРНЫЕ

Методы химического анализа промывных растворов при очистке оборудования

ГОСТ 26449.5—85

Stationary distillation desalting units.
Methods of washing solution chemical analysis at the equipment cleaning

МКС 13.060.50; 71.040.40
ОКСТУ 3614

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 ноября 1985 г. № 3612 дата введения установлена

01.01.87

Настоящий стандарт устанавливает методы химического анализа промывных растворов на все контролируемые компоненты.

Подготовка аппаратуры, реактивов, растворов и общие требования к отбору проб и проведению анализа — по ГОСТ 26449.0—85.

1. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ

1.1. Сущность метода

Соляную кислоту титруют раствором гидроокиси натрия с индикатором — метиловым красным. Влияние железа и меди устраняют добавлением раствора трилона Б.

Метод применяют при определении массовой концентрации соляной кислоты от 20 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 12 мг/дм^3.

1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Колбы мерные вместимостью 1000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 2 и 5 см^3.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Мензурка вместимостью 100 см^3.

Натрия гидроокись, стандарт-титр.

Натрия гидроокись, раствор с молярной концентрацией эквивалента C (1NaOH) 0,1 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

Трилон Б, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Кальций хлористый, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Метиловый красный, индикатор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

1.3. Проведение анализа

В коническую колбу помещают 5 см^3 раствора трилона Б, 2 см^3 раствора хлористого кальция, 3—5 капель метилового красного и 80—90 см^3 дистиллированной воды. Раствор нейтрализуют, добавляя из бюретки раствор гидроокиси натрия до перехода окраски из красной в желтую. В нейтрализованный раствор вводят объем исследуемого раствора, содержащий 2—80 мг соляной кислоты, и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски из красной в желтую.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Переиздание.

gost.e-ecolog.ru

1.4. Обработка результатов

1.4.1. Массовую концентрацию соляной кислоты X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot 0{,}00365 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см^3;

0,00365 — масса соляной кислоты, эквивалентная массе гидроокиси натрия в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3, г;

V — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см^3.

1.4.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая концентрация соляной кислоты, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация соляной кислоты, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
12	9,2	74	120	10,8	9
20	9,4	47	160	11,2	7
30	9,6	32	240	14,4	6
40	10,0	25	320	16,0	5
60	10,2	17	480	17,2	4
80	10,4	13	640 и более	—	3

Примечание к табл. 1—5. При необходимости разбавления исследуемого раствора значения массовой концентрации определяемых компонентов следует делить на кратность разбавления.

Допускаемые расхождения в относительных единицах должны соответствовать массовой концентрации разбавленного раствора.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ И ЖЕЛЕЗА

2.1. Сущность метода

Соляную кислоту титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии сульфосалициловой кислоты, после чего к раствору добавляют соляную кислоту и титруют железо (III) раствором трилона Б.

Метод применяют при определении массовой концентрации соляной кислоты от 8 мг/дм^3 и более, железа (III) — от 4 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет соответственно 4 и 1 мг/дм^3.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Плитка электрическая.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Мензурка вместимостью 50 см^3.

Колбы мерные вместимостью 1000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 5 и 10 см^3.

Трилон Б, стандарт-титр.

Трилон Б, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}Na_2H_2C_{10}H_{12}O_8N_2 \cdot 2H_2O\right)$ 0,05 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

Натрия гидоокись, стандарт-титр.

Натрия гидроокись, раствор с молярной концентрацией эквивалента C(1NaOH) 0,1 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

Кислота сульфосалициловая, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3, нейтрализованный раствором гидроокиси натрия до pH 7.

Аммоний надсернокислый, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Кислота соляная, разбавленная 1:10.

2.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 1,5—60,0 мг соляной кислоты и 1—40 мг железа, помещают в коническую колбу, добавляют 50—60 $см^3$ дистиллированной воды, 5 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в желтую. К раствору добавляют соляную кислоту до восстановления красно-фиолетовой окраски 0,5—1,0 $см^3$ раствора надсернокислого аммония, нагревают до температуры 60—70 °С и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора в зеленовато-желтую.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую концентрацию железа X_1, мг/$дм^3$, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0{,}0014 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,0014 — масса железа, эквивалентная массе трилона Б в 1 $см^3$ раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/$дм^3$, г;

V — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, $см^3$.

2.4.2. Массовую концентрацию соляной кислоты X_2, мг/$дм^3$, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{0{,}00365 \cdot (V_2 - \frac{X_1 V}{1000 \cdot 1{,}86}) \, 1000 \cdot 1000}{V},$$

где V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,00365 — масса соляной кислоты, эквивалентная массе гидроокиси натрия в 1 $см^3$ раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/$дм^3$, г;

1,86 — масса железа, эквивалентная массе гидроокиси натрия в 1 $см^3$ раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/$дм^3$ (для реакции гидроокиси натрия с железосульфосалицилатным комплексом), мг.

2.4.3. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 2 и 3.

Таблица 2

Массовая концентрация железа, мг/$дм^3$	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/$дм^3$	в относительных единицах, %
1	0,7	74
2	0,8	40
4	0,8	20
6	0,8	14
8	0,9	11
10	0,9	9
15	0,9	6
20	1,0	5
30	1,2	4
40	1,6	4
60	1,8	3
80	2,4	3
100	3,0	3
150 и более	—	2

Таблица 3

Массовая концентрация кислоты, мг/$дм^3$	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/$дм^3$	в относительных единицах, %
4	3,0	75
6	3,0	50
8	3,0	37
10	2,9	29
15	3,2	21
20	3,2	16
30	3,6	12
40	3,6	9
80	4,0	5
160	4,8	4
320	9,6	3
640 и более	—	2

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ — ПО ГОСТ 26449.1—85, РАЗД. 16

4. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

4.1. Экстракционно-фотоколориметрический метод — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 19.

4.2. Потенциометрический метод

4.2.1. Сущность метода

Медь в исследуемом растворе определяют по изменению электродвижущей силы (ЭДС) цепи, состоящей из медьселективного электрода, электрода сравнения, измерительной ячейки с исследуемым раствором и pH-метра или иономера. Влияние солей (в основном солей кальция) учитывают построением градуировочного графика на фоне имитирующего раствора. Проверку градуировочного графика проводят не реже одного раза в смену перед проведением анализа.

Метод применяют при определении массовой концентрации меди от 100 мкг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 64 мкг/дм^3.

Применение метода ограничено диапазоном 4—6 pH исследуемого раствора и присутствием в исследуемом растворе избытка железа по отношению к массовой концентрации меди не более чем 50:1.

4.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

pH-метр лабораторный или иономер с основной погрешностью измерения не более 2,5 мВ для шкалы делений до 5 pH.

Электрод измерительный медьселективный с электрическим сопротивлением $5 \cdot 10^{-2}$—$7 \cdot 10^{-2}$ мОм; в диапазоне молярных концентраций меди C от 10^{-6} до 10^{-2} моль/дм^3 крутизна электродной характеристики (28±3) мВ/pC. Перед измерением электрод выдерживают в течение 24 ч в растворе сернокислой меди с молярной концентрацией $1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм^3.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный по ГОСТ 17792—72.

Термокомпенсатор автоматический с тепловой инерционностью не более 3 мин.

Весы аналитические.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 1 и 10 см^3.

Натрия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм^3.

Кислота серная, разбавленная 1:20.

Метиловый красный, индикатор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Основной стандартный раствор, 1 см^3 раствора содержит 1 мг меди; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор, 1 см^3 раствора содержит 10 мкг меди; готовят разведением основного стандартного раствора.

Имитирующий раствор; раствор хлористого кальция с массовой концентрацией 16,5 г/дм^3.

4.2.3. Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают объем исследуемого раствора, содержащий 10—80 мкг меди, добавляют 20—30 см^3 дистиллированной воды, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия в присутствии метилового красного до перехода окраски из красной в желтую, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор помещают в измерительную ячейку, погружают электроды, термокомпенсатор и через 2—3 мин измеряют значение ЭДС по шкале иономера.

Массовую концентрацию меди находят по градуировочному графику.

4.2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 см^3 рабочего стандартного раствора, добавляют имитирующий раствор в объеме, равном объему исследуемого раствора, взятому для определения меди по п. 4.2.3, и доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация меди в растворах составляет соответственно 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800 мкг/дм^3. Растворы в порядке возрастания массовой концентрации меди помещают в измерительную ячейку, погружают электроды, термокомпенсатор и через 2—3 мин измеряют значения ЭДС по шкале иономера.

По найденным значениям ЭДС и соответствующим им значениям массовой концентрации меди строят градуировочный график.

4.2.5. Обработка результатов

4.2.5.1. Массовую концентрацию меди X, мкг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot m}{V_1},$$

где V — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см^3;

m — массовая концентрация меди, найденная по градуировочному графику, мкг/дм^3;

V_1 — объем раствора в мерной колбе, см^3.

4.2.5.2. Относительные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 9,0 % для иономеров с основной погрешностью ±2,5 мВ.

5. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ ПРИ ОТСУТСТВИИ ФОСФАТОВ

5.1. Сущность метода — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 11.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 11.

5.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 2—20 мг кальция, помещают в коническую колбу, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до pH 7, добавляют 90—100 см^3 дистиллированной воды и далее анализ проводят, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 11.

5.4. Обработка результатов — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 11.

6. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ В ПРИСУТСТВИИ КАЛЬЦИЯ

6.1. Сущность метода — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 12.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 10.

6.3. Проведение анализа

Исследуемый раствор в объеме, равном объему для определения кальция по п. 5.3, помещают в коническую колбу, нейтрализуют раствором аммиака до pH7, добавляют 90—100 см^3 дистиллированной воды. Далее анализ проводят, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 10.

6.4. Обработка результатов — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 12.

7. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ

7.1. Сущность метода

В присутствии фосфатов определяют сумму молярных концентраций эквивалентов кальция и магния (общую жесткость) и далее поступают, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 10.

7.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 10.

7.3. Проведение анализа — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 10.

7.4. Обработка результатов — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 10.

8. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВОССТАНОВИТЕЛЯ — ТИОМОЧЕВИНЫ

8.1. Сущность метода — по ГОСТ 26449.4—85, разд. 10.

Метод применяют при определении массовой концентрации фосфора от 200 мкг/дм^3 и более. Нижний предел обнаружения составляет 100 мкг/дм^3.

8.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по ГОСТ 26449.4—85, разд. 10.

8.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 20—100 мкг фосфора, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и далее анализ проводят, как указано в ГОСТ 26449.4—85, разд. 10.

8.4. Построение градуировочного графика — по ГОСТ 26449.4—85, разд. 10.

8.5. Обработка результатов

8.5.1. Массовую концентрацию фосфора X, мкг/дм^3 вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 1000}{V},$$

где m — масса фосфора в пробе, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см^3.

8.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая концентрация фосфора, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация фосфора, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %
100	80	80	600	110	19
150	80	55	700	120	18
200	80	40	800	130	17
300	90	30	1000	140	14
400	100	25	1500	120	11
500	110	21	2000 и более	—	10

9. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УРОТРОПИНА

9.1. Сущность метода

Уротропин разлагается в кислой среде с образованием формальдегида. При реакции формальдегида с солянокислым гидроксиламином выделяется соляная кислота, которую титруют раствором гидроокиси натрия.

Метод применяют при определении массовой концентрации уротропина от 26 мг/дм^3 и более. Нижний предел обнаружения составляет 13 мг/дм^3.

9.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Баня водяная.

Колба коническая вместимостью 250 см^3 со шлифом.

Холодильник со шлифом.

Колбы мерные вместимостью 1000 см^3.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 5 и 10 см^3.

Мензурка вместимостью 50 см^3.

Натрия гидроокись, стандарт-титр.

Натрия гидроокись, раствор с молярной концентрацией эквивалента C(1NaOH) 0,1 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

Гидроксиламин солянокислый, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

Кислота серная, разбавленная 1:1.

Индикатор смешанный; готовят следующим образом: 0,1 г метилового оранжевого растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды и 0,25 г индигокармина — в 50 см^3 дистиллированной воды. Растворы смешивают и хранят в посуде из темного стекла.

9.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 2,5—10,0 мг уротропина, помещают в колбу со шлифом, добавляют 5 см^3 соляной кислоты. Колбу соединяют с холодильником и нагревают на водяной бане в течение 4 ч. Раствор охлаждают до температуры 20—25 °С, добавляют 40—50 см^3 дистиллированной воды, 3—4 капли смешанного индикатора, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски раствора из фиолетовой в сине-зеленую, после чего добавляют 5 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина и выдерживают в течение 30 мин. Затем титруют раствором

гидроокиси натрия до перехода окраски из фиолетовой в сине-зеленую. Одновременно через все стадии анализа проводят раствор, содержащий 100 см^3 дистиллированной воды и реактивы.

9.4. Обработка результатов

9.4.1. Массовую концентрацию уротропина X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}0023 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование исследуемого раствора, см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование дистиллированной воды, см^3;

0,0023 — масса уротропина, эквивалентная массе гидроокиси натрия в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3; г;

V — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см^3.

9.4.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая концентрация уротропина, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация уротропина, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
13	9,6	74	91	11,0	12
26	9,8	38	130	12,0	9
39	9,8	25	260	13,0	5
52	10,4	20	390	19,0	5
65	10,4	16	520	21,0	4

gost.e-ecolog.ru