Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УСТАНОВКИ ДИСТИЛЛЯЦИОННЫЕ ОПРЕСНИТЕЛЬНЫЕ СТАЦИОНАРНЫЕ

Методы химического анализа соленых вод

ГОСТ 26449.1—85

Stationary distillation desalting units.
Methods of saline water chemical analysis

МКС 13.060.50
ОКСТУ 3614

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 февраля 1985 г. № 405 дата введения установлена

01.01.87

Стандарт устанавливает методы химического анализа соленых вод на все контролируемые компоненты, за исключением газообразных.

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

1. ПИКНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ

1.1. Сущность метода

Плотность исследуемого раствора определяют как частное от деления числового значения его массы в откалиброванном пикнометре на числовое значение объема раствора. Калибрование пикнометра проводят по массе дистиллированной воды при температуре 20 °С.

1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Термостат с основной погрешностью стабилизации температуры не менее 0,1 °С.

Пикнометры стеклянные вместимостью 25 см^3.

Термометр ртутный стеклянный со шкалой от 0 до 30 °С и ценой деления 1 °С.

Бумага фильтровальная.

Вода дистиллированная.

1.3. Проведение анализа

Пикнометр высушивают, затем взвешивают вместе с пробкой и заполняют дистиллированной водой на 2—3 мм выше метки. Воду выдерживают в течение 30 мин при температуре 25 °С (на 5 °С выше намеченной для последующего термостатирования) с целью уменьшения возможности образования пузырьков воздуха на стенках пикнометра. Пикнометр с водой выдерживают в термостате в течение 40 мин при температуре 20 °С и, не вынимая из термостата, доводят уровень воды в нем до метки, удаляя излишки с помощью фильтровальной бумаги. Затем извлекают пикнометр из термостата, насухо вытирают его и взвешивают, определяя массу пикнометра с дистиллированной водой. Освободив пикнометр от дистиллированной воды, трижды промывают и заполняют его исследуемым раствором. В той же последовательности определяют массу пикнометра с исследуемым раствором.

1.4. Обработка результатов

1.4.1. Плотность исследуемого раствора ρ, г/см^3, вычисляют по формуле

$$\rho = \frac{(m_3 - m_1) \cdot 0{,}9982}{m_2 - m_1},$$

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Переиздание.

gost.e-ecolog.ru

где m_1 — масса пикнометра, г;
m_2 — масса пикнометра с дистиллированной водой, г;
m_3 — масса пикнометра с исследуемым раствором, г;
0,9982 — значение плотности дистиллированной воды при температуре 20 °С, г/см^3.

1.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 0,0004 г/см^3.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕРАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ ВЕЩЕСТВ

2.1. Сущность методов

Нерастворимые в воде вещества отделяют путем фильтрования исследуемого раствора, промывают дистиллированной водой и определяют их массу.

2.2. Метод с использованием фильтрующих тиглей

Метод применяют при определении массовой концентрации нерастворимых в воде веществ от 5,0 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,5 мг/дм^3.

2.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Шкаф сушильный.

Тигли фильтрующие с размером пор 1—16 мкм.

Насос водоструйный.

Колбы для фильтрования.

Эксикатор.

Колбы мерные вместимостью 500 и 1000 см^3.

2.2.2. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 5—500 мг нерастворимых в воде веществ, фильтруют через предварительно взвешенный фильтрующий тигель, осадок на тигле промывают дистиллированной водой. Тигель с осадком высушивают в сушильном шкафу в течение 1,5—2,0 ч при температуре 105—110 °С, охлаждают в эксикаторе до температуры 20—25 °С и взвешивают. Операции последовательного высушивания, охлаждения и взвешивания повторяют не менее трех раз до достижения постоянной массы тигля с осадком.

2.2.3. Обработка результатов

2.2.3.1. Массовую концентрацию нерастворимых в воде веществ X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{V},$$

где m_1 — масса фильтрующего тигля с осадком, мг;
m_2 — масса фильтрующего тигля, мг;
V — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см^3.

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

Таблица 1

Массовая концентрация нерастворимых в воде веществ, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация нерастворимых в воде веществ, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
0,5	0,4	80	20,0	0,7	4
1,0	0,4	40	50,0	1,3	3
5,0	0,4	8	100,0	2,2	2
10,0	0,5	5	300,0 и более	—	2

Примечание к табл. 1—38. При необходимости разбавления исследуемого раствора значение его массовой концентрации следует разделить на кратность разбавления.

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

2.3. Метод с использованием бумажных фильтров

Метод применяют при определении массовой концентрации нерастворимых в воде веществ от 30 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 3 мг/дм^3. Влияние потерь массы бумажных фильтров при фильтровании устраняют повторным фильтрованием первых порций фильтрата.

2.3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Шкаф сушильный.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Воронки лабораторные диаметром 50—100 мм.

Стаканы химические вместимостью 500—700 см^3.

Эксикатор.

Стаканчики для взвешивания с горловиной диаметром не менее 50 мм.

Колбы вместимостью 500—1000 см^3.

Колбы мерные вместимостью 500 и 1000 см^3.

2.3.2. Подготовка к проведению анализа

Два беззольных фильтра, свернутых в форме воронки, помещают в стаканчик для взвешивания и высушивают в сушильном шкафу в течение 1,5—2,0 ч при температуре 105 °С. Стаканчик для взвешивания закрывают крышкой, помещают в эксикатор, охлаждают до температуры 20—25 °С и взвешивают, записывая результат с точностью до третьего десятичного знака. Операции последовательного высушивания, охлаждения и взвешивания повторяют не менее трех раз до достижения постоянной массы стаканчика с фильтром.

2.3.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 20—1000 мг нерастворимых в воде веществ, помещают в стакан и фильтруют декантацией через двойной фильтр, доведенный до постоянной массы, как указано в п. 2.3.2.

Первые две-три порции фильтрата в объеме 50—100 см^3 повторно фильтруют через тот же двойной фильтр. Осадок на фильтре трижды промывают горячей дистиллированной водой; затем фильтр с осадком помещают в стаканчик для взвешивания. Далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.2.

2.3.4. Обработка результатов

2.3.4.1. Массовую концентрацию нерастворимых в воде веществ X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)\cdot 1000}{V},$$

где m_1 — масса стаканчика для взвешивания с двойным фильтром с осадком, мг;

m_2 — масса стаканчика для взвешивания с двойным фильтром, мг;

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

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

Таблица 2

Массовая концентрация нерастворимых в воде веществ, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация нерастворимых в воде веществ, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
3	1,9	62,0	70	3,2	4,5
5	1,9	38,0	100	3,6	3,6
10	2,0	20,0	150	4,5	3,0
20	2,2	11,0	300	7,5	2,5
40	2,5	6,5	500 и более	—	2,5

3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУХОГО ОСТАТКА

3.1. Гравиметрический метод

3.1.1. Сущность метода

Массу сухого остатка определяют выпариванием отфильтрованного объема исследуемого раствора, высушиванием при температуре 160 °С и последующим взвешиванием.

Влияние хлористого магния, образующего при выпаривании исследуемого раствора легколетучие продукты гидролиза соли, и влияние сернокислых кальция и магния, образующих кристаллогидраты переменного состава, устраняют добавлением раствора углекислого натрия.

Углекислый натрий добавляют не менее чем в трехкратном избытке к ожидаемой массе сухого остатка.

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

Нижний предел обнаружения составляет 3 мг/дм^3.

3.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Шкаф сушильный.

Плитка электрическая.

Эксикатор.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Чашки или тигли фарфоровые для выпаривания вместимостью по 100 см^3.

Палочки стеклянные для перемешивания длиной 40—50 мм.

Воронки лабораторные диаметром 50—100 мм.

Колбы вместимостью 250—500 см^3.

Колбы мерные вместимостью 1000 см^3.

Пипетки вместимостью 20 и 25 см^3.

Натрий углекислый, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

3.1.3. Подготовка к анализу

Объем раствора углекислого натрия, содержащий 100—3000 мг соли, помещают в фарфоровую чашку и выпаривают насухо при температуре 100—110 °С. Содержимое чашки растирают стеклянной палочкой. Чашку с осадком и палочкой высушивают в сушильном шкафу при температуре 160 °С в течение 1—2 ч, затем помещают в эксикатор, охлаждают до температуры 20—25 °С и взвешивают, записывая результат с точностью до третьего десятичного знака.

Операции последовательного высушивания, охлаждения и взвешивания повторяют не менее трех раз до достижения постоянной массы чашки с сухим остатком углекислого натрия. Перед добавлением исследуемого раствора сухой остаток углекислого натрия увлажняют 3—4 см^3 дистиллированной воды, вводя ее каплями.

3.1.4. Проведение анализа

Профильтрованный объем исследуемого раствора, содержащий 20—1000 мг сухого остатка, помещают во взвешенную фарфоровую чашку с сухим остатком углекислого натрия и стеклянной палочкой и далее проводят анализ, как указано в п. 3.1.3.

3.1.5. Обработка результатов

3.1.5.1. Массовую концентрацию сухого остатка X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{V},$$

где m_1 — масса чашки с сухим остатком углекислого натрия и исследуемого раствора, мг;

m_2 — масса чашки с сухим остатком углекислого натрия, мг;

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

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

Таблица 3

Массовая концентрация сухого остатка, мг/дм³	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация сухого остатка, мг/дм³	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм³	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм³	в относительных единицах, %
3	1,9	62,0	70	3,2	4,5
5	1,9	38,0	100	3,6	3,6
10	2,0	20,0	150	4,5	3,0
20	2,2	11,0	300	7,5	2,5
40	2,5	6,5	500 и более	—	2,5

3.2. Электрометрический метод

3.2.1. Сущность метода

Массовую концентрацию сухого остатка рассчитывают по удельной электропроводности исследуемого раствора, измеренной при помощи лабораторных солемеров.

Солемеры предварительно градуируют, измеряя удельные электропроводности стандартных растворов.

Метод применяют при определении массовой концентрации сухого остатка от 1,0 мг/дм³ и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,5 мг/дм³.

3.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 3.1.2 и перечисленные ниже.

Солемеры лабораторные с основной погрешностью шкалы не более ±5 %.

Термометры лабораторные с ценой деления 0,1 °С.

Склянки с притертыми пробками вместимостью 1000 см³.

Основной стандартный раствор: исследуемый раствор с массовой концентрацией сухого остатка 200 мг/дм³ и более, определенной, как указано в п. 3.1.

Рабочий стандартный раствор; готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью по 1000 см³ помещают 10, 20, 50, 100, 200, 300, 400, 600, 800 см³ основного стандартного раствора, доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой и перемешивают. Рабочие стандартные растворы помещают в склянки с притертыми пробками.

3.2.3. Построение градуировочного графика

Склянки с рабочими стандартными растворами выдерживают в помещении, где проводят анализ, в течение 2—3 ч, затем измеряют температуру растворов и фиксируют ее на шкале термокомпенсации солемера. Растворы помещают в ячейку солемера в порядке возрастания массовой концентрации сухого остатка и измеряют их удельную электропроводность. По найденным значениям удельной электропроводности и соответствующим им значениям массовой концентрации сухого остатка строят градуировочный график.

3.2.4. Проведение анализа

Анализ исследуемого раствора проводят, как указано в п. 3.2.3.

3.2.5. Обработка результатов

3.2.5.1. По градуировочному графику находят массовую концентрацию сухого остатка в исследуемом растворе.

3.2.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 5 %.

4. ЭЛЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ pH

4.1. Сущность метода

Присутствие ионов водорода в исследуемом растворе изменяет электродвижущую силу (ЭДС) цепи, состоящей из стеклянного электрода, электрода сравнения, измерительной ячейки с исследуемым раствором и лабораторного pH-метра или иономера. Изменение значения pH на единицу приводит к изменению ЭДС на 58,1 мВ при температуре 20 °С. Диапазон определяемых значений pH — от 1,00 до 12,00.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

pH-метр лабораторный.

Мешалка электромагнитная.

Ячейка измерительная термостатированная.

Электрод стеклянный лабораторный с предельными значениями диапазона водородной характеристики pH—0—12 при температуре (25±5) °С.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный по ГОСТ 17792—72.

Термокомпенсатор автоматический с тепловой инерционностью не более 3 мин.

Термометр лабораторный со шкалой от 0 до 30 °С и ценой деления 1 °С.

Колбы мерные вместимостью 1000 см^3.

Буферные растворы с pH, равным 1,68; 6,86; 9,18, готовят по ГОСТ 8.135—74.

4.3. Подготовка к анализу

Перед началом измерений pH-метр проверяют по буферным растворам. Для диапазона pH—1—7 используют буферные растворы с pH, равными 1,68 и 6,86; для диапазона pH—7—12—буферные растворы с pH, равными 6,86 и 9,18.

4.4. Проведение анализа

Исследуемый раствор помещают в измерительную ячейку, погружают в него промытые дистиллированной водой, а затем исследуемым раствором электроды и термокомпенсатор и измеряют ЭДС при перемешивании раствора, отсчитывая значения по шкале прибора в единицах pH.

4.5. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 0,05 pH.

5. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕРМАНГАНАТНОЙ ОКИСЛЯЕМОСТИ В ЩЕЛОЧНОЙ СРЕДЕ

5.1. Сущность метода

Органические вещества, присутствующие в исследуемом растворе, окисляют раствором марганцовокислого калия при кипячении. Избыток титрованного раствора должен составлять не менее 40 % первоначально введенного объема, который определяют йодометрически. Массу органических веществ в объеме исследуемого раствора выражают через эквивалентную ей массу кислорода, полученную по результатам титрования.

Метод применяют при определении окисляемости в пересчете на массовую концентрацию кислорода от 1,6 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,4 мг/дм^3.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Плитка электрическая.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 1000 см^3.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 5 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 10, 50 и 100 см^3.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Стекла часовые.

Стакан вместимостью 1000 см^3.

Калий марганцовокислый, стандарт-титр.

Натрий серноватистокислый, стандарт-титр.

Калий марганцовокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{5}KMnO_4\right)$ 0,01 моль/дм^3; готовят путем десятикратного разбавления раствора калия марганцовокислого с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3, приготовленного из стандарт-титра.

Натрий серноватистокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O\right)$ 0,01 моль/дм^3; готовят путем десятикратного разбавления раствора натрия серноватистокислого с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3, приготовленного из стандарт-титра.

Натрия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 330 г/дм^3; готовят следующим образом: в стакан вместимостью 1000 см^3 помещают 330 г гидроокиси натрия, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1000 см^3.

Кислота серная, разбавленная 1:3.

Калий йодистый.

Крахмал, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм^3; готовят по ГОСТ 4517—87.

5.3. Проведение анализа

100 см^3 исследуемого раствора помещают в коническую колбу, добавляют 3 см^3 раствора гидроокиси натрия и 10 см^3 раствора марганцовокислого калия. Колбу накрывают часовым стеклом, доводят раствор до кипения и поддерживают равномерное кипение в течение 10 мин. Окраска раствора до конца кипения должна сохранять фиолетовый оттенок. По окончании кипячения раствор охлаждают до температуры 20—25 °С и по каплям добавляют раствор серной кислоты до полного растворения гидроокиси. К содержимому колбы добавляют 0,5 г йодистого калия и 3 см^3 раствора серной кислоты. Выделившийся йод оттитровывают раствором серноватистокислого натрия в присутствии индикатора — крахмала.

Одновременно через все стадии анализа проводят раствор, содержащий 100 см^3 дистиллированной воды и реактивы.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Окисляемость в пересчете на массовую концентрацию кислорода X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}08 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование дистиллированной воды, см^3;

V_2 — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование исследуемого раствора, см^3;

0,08 — масса кислорода, эквивалентная массе серноватистокислого натрия в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3, мг;

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

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

Таблица 4

Окисляемость в пересчете на массовую концентрацию кислорода, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Окисляемость в пересчете на массовую концентрацию кислорода, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
0,4	0,33	82	3,2	0,38	12
0,8	0,33	42	4,0	0,39	10
1,6	0,35	22	4,8	0,41	9
2,4	0,37	16			

6. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ ЩЕЛОЧНОСТИ

6.1. Сущность методов

Общая щелочность обусловлена присутствием в исследуемом растворе солей слабых кислот и гидроксидов. Общую щелочность определяют ацидиметрическим титрованием исследуемого раствора сильной кислотой: визуально — с индикатором метиловым оранжевым или потенциометрически — до 4,0 pH.

6.2. Метод визуального титрования

Метод применяют при определении общей щелочности с молярной концентрацией эквивалента $C(1\ OH^-)$ от 0,5 ммоль/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,09 ммоль/дм^3.

6.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колбы мерные вместимостью 1000 см^3.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 50 и 100 см^3.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Кислота соляная, стандарт-титр.

Кислота соляная, раствор с молярной концентрацией эквивалента C(1 HCl) 0,1 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

Метиловый оранжевый, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/дм^3; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

6.2.2. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий соли слабых кислот и гидроксиды в количестве эквивалентов (1 OH^-) от 0,1 до 2,0 ммоль, помещают в коническую колбу, добавляют две капли раствора метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты до перехода окраски раствора из желтой в оранжевую.

6.2.3. Обработка результатов

6.2.3.1. Общую щелочность X, ммоль/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot 0{,}1 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см^3;

0,1 — молярная концентрация эквивалента в растворе соляной кислоты, моль/дм^3;

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

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

Таблица 5

Общая щелочность, ммоль/дм^3	Допускаемое расхождение		Общая щелочность, ммоль/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, ммоль/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, ммоль/дм^3	в относительных единицах, %
0,09	0,06	66	5,00	0,14	3
0,50	0,06	12	10,00	0,24	2
1,00	0,07	7	20,00	0,42	2
3,00	0,11	4			

6.3. Метод потенциометрического титрования

Метод применяют при определении общей щелочности с молярной концентрацией эквивалента C(1 OH^-) от 0,1 ммоль/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,02 ммоль/дм^3.

6.3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

pH-метр лабораторный.

Электрод стеклянный лабораторный.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный по ГОСТ 17792—72.

Термокомпенсатор автоматический с тепловой инерционностью не более 3 мин.

Термометр лабораторный со шкалой от 0 до 30 °С с ценой деления 1 °С.

Буферные растворы 1,68 pH, 6,86 pH, 9,18 pH; готовят по ГОСТ 8.135—74.

Мешалка электромагнитная.

Колбы мерные вместимостью 1000 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 25, 50 и 100 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 10 см^3.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Кислота соляная, стандарт-титр.

Кислота соляная, раствор с молярной концентрацией эквивалента C(1 HCl) 0,1 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

6.3.2. Подготовка к анализу — как указано в п. 4.3.

6.3.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий соли слабых кислот и гидроксиды в количестве эквивалентов n (1 OH^-) от 0,1 до 2,0 ммоль, помещают в измерительную ячейку, установленную

на электромагнитной мешалке. Затем погружают электроды, термокомпенсатор и титруют, добавляя в исследуемый раствор по 0,1—0,2 см^3 раствора соляной кислоты, измеряя pH после каждого добавления. По найденным значениям pH и соответствующим им значениям объемов раствора соляной кислоты строят кривую титрования.

6.3.4. Обработка результатов

6.3.4.1. По кривой титрования находят объем раствора соляной кислоты (V_1), соответствующий значению 4,0 pH, и вычисляют общую щелочность, как указано в п. 6.2.3.1.

6.3.4.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 6.

Таблица 6

Общая щелочность, ммоль/дм^3	Допускаемое расхождение		Общая щелочность, ммоль/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, ммоль/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, ммоль/дм^3	в относительных единицах, %
0,02	0,011	56	0,50	0,020	4
0,03	0,013	42	0,70	0,020	3
0,10	0,013	13	1,00	0,030	3
0,20	0,014	7	3,00	0,066	2

7. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРБОНАТОВ И ГИДРОКАРБОНАТОВ

7.1. Сущность методов

Карбонаты и гидрокарбонаты в пересчете на массу карбонат- и гидрокарбонат-ионов определяют последовательным ацидиметрическим титрованием: визуально — с индикаторами фенолфталеином и метиловым оранжевым или потенциометрически соответственно до pH, равных 8,2 и 4,0.

7.2. Метод визуального титрования

Метод применяют при определении массовой концентрации карбонатов от 20 мг/дм^3 и более и гидрокарбонатов от 50 мг/дм^3 и более. Нижний предел обнаружения соответственно 8,0 и 13,7 мг/дм^3.

7.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Конические колбы вместимостью 250 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 100 см^3.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Кислота соляная, стандарт-титр.

Кислота соляная, раствор с молярной концентрацией эквивалента C(1 HCl) 0,1 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

Фенолфталеин, индикатор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

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

7.2.2 Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 2—40 мг карбонатов и 5—100 мг гидрокарбонатов, помещают в коническую колбу, добавляют 2—3 капли фенолфталеина и титруют раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски. К оттитрованному раствору добавляют 2—3 капли метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты до перехода окраски раствора из желтой в оранжевую.

7.2.3. Обработка результатов

7.2.3.1. Массовую концентрацию карбонатов X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{2 \cdot V_1 \cdot 0{,}0030 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование с фенолфталеином, см^3;

0,0030 — масса карбонатов, эквивалентная массе соляной кислоты в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3, г;

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

7.2.3.2. Массовую концентрацию гидрокарбонатов X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_2 - 2V_1) \cdot 0{,}0061 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где V_2 — суммарный объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование с фенолфталеином и метиловым оранжевым, см^3;

0,0061 — масса гидрокарбонатов, эквивалентная массе соляной кислоты в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3, г.

7.2.3.3. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 7 и 8.

Таблица 7

Массовая концентрация карбонатов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
8,1	5,2	64
10,0	5,3	53
20,0	5,4	27
50,0	6,0	12
100,0	6,9	7
300,0	10,5	4
500,0	14,2	3

Таблица 8

Массовая концентрация гидрокарбонатов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
13,7	10,8	79
50,0	11,5	23
200,0	14,3	7
500,0	19,7	4
1000,0	28,8	3

7.3. Метод потенциометрического титрования

Метод применяют при определении массовой концентрации карбонатов от 5,0 мг/дм^3 и более и гидрокарбонатов — от 15 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет соответственно 0,7 и 1,8 мг/дм^3.

7.3.1. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 6.3.1.

7.3.2. Подготовка к анализу — как указано в п. 4.3.

7.3.3. Проведение анализа — как указано в п. 6.3.3.

7.3.4. Обработка результатов

7.3.4.1. По кривой титрования находят объем раствора соляной кислоты (V_1), соответствующий 8,2 pH, и вычисляют массовую концентрацию карбонатов, как указано в п. 7.2.3.1; затем находят суммарный объем раствора соляной кислоты (V_2), соответствующий 4,0 pH, и вычисляют массовую концентрацию гидрокарбонатов, как указано в п. 7.2.3.2.

7.3.4.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 9 и 10.

Таблица 9

Массовая концентрация карбонатов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
0,7	0,45	65
1,0	0,46	46
2,0	0,48	24
4,0	0,52	13
7,0	0,56	8
10,0	0,60	6
15,0	0,75	5
20,0	0,80	4
30,0	0,90	3
40,0	1,20	3
50,0	1,50	3
70,0 и другие	—	2

Таблица 10

Массовая концентрация гидрокарбонатов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
1,8	1,1	64
2,0	1,2	58
4,0	1,2	30
7,0	1,3	18
10,0	1,3	13
15,0	1,3	9
20,0	1,4	7
30,0	1,8	6
40,0	2,0	5
50,0	2,0	4
70,0	2,1	3
100,0	3,0	3
150,0	4,5	3
200,0 и более	—	2

8. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИДРАТОВ И КАРБОНАТОВ

8.1. Сущность методов

Гидраты и карбонаты в пересчете на массу гидрат- и карбонат-ионов определяют последовательным ацидиметрическим титрованием: визуально — с индикаторами фенолфталеином и метиловым оранжевым или потенциометрически соответственно до pH, равных 8,2 и 4,0.

8.2. Метод визуального титрования

Метод применяют при определении массовой концентрации гидратов от 14,0 мг/дм^3 и более, карбонатов — от 30,0 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет соответственно 3,8 и 6,0 мг/дм^3.

8.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 7.2.1.

8.2.2. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 1,5—30,0 мг гидратов и 30—60 мг карбонатов, помещают в коническую колбу и далее анализ проводят, как указано в п. 7.2.2.

8.2.3. Обработка результатов

8.2.3.1. Массовую концентрацию гидратов X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(2V_1 - 2V_2) \cdot 0{,}0017 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование с фенолфталеином, см^3;

V_2 — суммарный объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование с фенолфталеином и метиловым оранжевым, см^3;

0,0017 — масса гидратов, эквивалентная массе соляной кислоты в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3, г;

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

8.2.3.2. Массовую концентрацию карбонатов X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{2(V_2 - V_1) \cdot 0{,}0030 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где 0,0030 — масса карбонатов, эквивалентная массе соляной кислоты в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3, г.

8.2.3.3. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 11 и 12.

Таблица 11

Массовая концентрация гидратов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
3,8	3,0	79
13,9	3,2	23
55,7	4,0	7
139,3	5,5	4
278,7	8,0	3

Таблица 12

Массовая концентрация карбонатов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
6,0	3,5	58
30,0	3,9	13
180,0	7,1	4
300,0	8,7	3
600,0	14,2	2
1200,0	25,1	2

8.3. Метод потенциометрического титрования

Метод применяют при определении массовой концентрации гидратов от 2,0 мг/дм^3 и более, карбонатов — от 3,5 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет соответственно 0,5 и 1,0 мг/дм^3.

8.3.1. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 6.3.1.

8.3.2. Подготовка к анализу — как указано в п. 4.3.

8.3.3. Проведение анализа — как указано в п. 6.3.3.

8.3.4. Обработка результатов

8.3.4.1. По кривой титрования находят объем раствора соляной кислоты, как указано в п. 7.3.4.1, и вычисляют массовую концентрацию гидратов, как указано в п. 8.2.3.1. Массовую концентрацию карбонатов вычисляют, как указано в п. 8.2.3.2.

8.3.5. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 13 и 14.

Таблица 13

Массовая концентрация гидратов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
0,5	0,32	64
0,7	0,32	46
1,0	0,33	33
1,5	0,34	23
2,0	0,34	17
3,0	0,36	12
4,0	0,36	9
5,0	0,40	8
6,7	0,40	6
10,0	0,40	4
15,0	0,60	4
20,0	0,60	3
30,0	0,90	3
40,0	1,20	3

Таблица 14

Массовая концентрация карбонатов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
1,0	0,67	67
1,5	0,67	45
2,0	0,68	34
3,0	0,72	24
4,0	0,72	18
5,0	0,70	14
7,0	0,77	11
10,0	0,80	8
15,0	0,90	6
20,0	1,00	5
40,0	1,20	3
70,0	2,10	3

9. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРИДОВ

9.1. Аргентометрический метод

9.1.1. Сущность метода

Хлориды титруют раствором азотнокислого серебра в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора.

Метод применяют при определении массовой концентрации хлоридов от 50 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 2,3 мг/дм^3.

9.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 1, 5 и 10 см^3.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Натрий хлористый, стандарт-титр.

Натрий хлористый, раствор с молярной концентрацией эквивалента C (1 NaCl) 0,1 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

Серебро азотнокислое, раствор с молярной концентрацией эквивалента C (1 $AgNO_3$) 0,1 моль/дм^3; готовят следующим образом: 17 г азотнокислого серебра растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1000 см^3. Раствор хранят в посуде из темного стекла.

Калий хромовокислый, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3; готовят следующим образом: 5 г хромовокислого калия растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 100 см^3.

9.1.3. Подготовка к проведению анализа

9.1.3.1. Определение поправочного коэффициента к раствору азотнокислого серебра.

10 см^3 раствора хлористого натрия помещают в коническую колбу, добавляют 90—100 см^3 дистиллированной воды, 1 см^3 раствора хромовокислого калия и титруют раствором азотнокислого серебра до перехода окраски из лимонно-желтой в оранжево-желтую.

9.1.3.2. Поправочный коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{V},$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см^3.

10 — объем раствора хлористого натрия, взятый для анализа, см^3.

9.1.4. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 5,0—100,0 мг хлоридов, помещают в коническую колбу. Далее анализ проводят, как указано в п. 9.1.3.1.

9.1.5. Обработка результатов

9.1.5.1. Массовую концентрацию хлоридов X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot K \cdot 0{,}0035 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см^3;

K — поправочный коэффициент к раствору азотнокислого серебра;

0,0035 — масса хлоридов, эквивалентная массе азотнокислого серебра в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3, г;

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

9.1.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 15.

Таблица 15

Массовая концентрация хлоридов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация хлоридов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
2,3	1,5	65	50,0	2,4	5
5,0	1,5	30	100,0	3,3	3
10,0	1,6	16	200,0 и более	—	3

9.2. Меркуриметрический метод

9.2.1. Сущность метода

Хлориды титруют раствором азотнокислой ртути с дифенилкарбазоном в качестве индикатора при pH, равном 3,0—3,5.

Метод применяют при определении массовой концентрации хлоридов от 10 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 2,0 мг/дм^3.

9.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 1 и 10 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 1 см^3.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Натрий хлористый, стандарт-титр.

Натрий хлористый, раствор с молярной концентрацией эквивалента C(1NaCl) 0,025 моль/дм^3; готовят разбавлением раствора, приготовленного из стандарт-титра.

Кислота азотная.

Ртуть азотнокислая, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}Hg(NO_3)_2 \cdot 0{,}5\,H_2O\right)$ 0,025 моль/дм^3; готовят следующим образом: 4,2 г азотнокислой ртути растворяют в 300—400 см^3 дистиллированной воды с добавлением 10 см^3 азотной кислоты и доводят объем раствора до 1000 см^3. Через 24 ч раствор фильтруют. Хранят раствор в посуде из темного стекла.

Смешанный индикатор; готовят следующим образом: 0,5 г дифенилкарбазона и 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 100 см^3 этилового спирта. Раствор хранят в посуде из темного стекла.

Кислота азотная, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3; готовят следующим образом: 6,9 см^3 азотной кислоты растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды.

Натрия гидроокись, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3; готовят следующим образом: 4 г гидроокиси натрия растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1000 см^3.

9.2.3. Подготовка к проведению анализа

9.2.3.1. Определение поправочного коэффициента к раствору азотнокислой ртути

10 см^3 раствора хлористого натрия помещают в коническую колбу, добавляют 90—100 см^3 дистиллированной воды, 7 капель смешанного индикатора и по каплям азотную кислоту до перехода окраски раствора из сине-зеленой в желтую. Затем добавляют 0,5 см^3 азотной кислоты и титруют раствором азотнокислой ртути до перехода окраски из желтой в сине-фиолетовую.

9.2.3.2. Поправочный коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{V},$$

где V — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование, см^3.

10 — объем раствора хлористого натрия, взятый для анализа, см^3.

9.2.4. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 1—20 мг хлоридов, помещают в коническую колбу, и далее анализ проводят, как указано в п. 9.2.3.

9.1.5. Обработка результатов

9.2.5.1. Массовую концентрацию хлоридов X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot K \cdot 0{,}0009 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование, см^3;

0,0009 — масса хлоридов, эквивалентная массе азотнокислой ртути в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм^3, г;

K — поправочный коэффициент к раствору азотнокислой ртути;

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

9.2.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 16.

Таблица 16

Массовая концентрация хлоридов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация хлоридов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
2,0	1,4	70	20,0	1,7	9
4,0	1,4	35	30,0	1,9	6
6,0	1,5	25	50,0	2,0	4
8,0	1,5	19	100,0	3,2	3
10,0	1,5	15	150,0 и более	—	3

10. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ

10.1. Сущность метода

Общая жесткость обусловлена присутствием в исследуемом растворе солей кальция и магния (солей жесткости). Кальций и магний титруют трилоном Б с индикатором — хромогеном черным. Влияние железа и алюминия устраняют добавлением триэтаноламина; никеля, меди и цинка — добавлением сернистого натрия; марганца — добавлением солянокислого гидроксиламина; карбонатов и гидрокарбонатов — кипячением солянокислого раствора; солей аммония — кипячением щелочного раствора.

Метод применяют при определении общей жесткости с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}Ca^{2+}, \frac{1}{2}Mg^{2+}\right)$ от 0,2 ммоль/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,02 ммоль/дм^3.

10.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы технические.

Весы аналитические.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Колбы мерные вместимостью 100, 1000 и 2000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 10 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 25 см^3.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

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.

Аммиак водный.

Аммоний хлористый.

Буферный раствор; готовят следующим образом: 20 г хлористого аммония растворяют в дистиллированной воде, добавляют 100 см^3 раствора аммиака и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1000 см^3.

Гидроксиламин солянокислый, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3.

Натрий сернистый, раствор с массовой концентрацией 25 г/дм^3.

Триэтаноламин, раствор, разбавленый 1:3.

Хромоген черный специальный ЕТ-00; готовят следующим образом: 0,2 г хромогена черного смешивают с 50 г хлористого натрия и растирают.

Кислота соляная, раствор с молярной концентрацией эквивалента C(1 HCl) 0,1 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

10.3. Проведение анализа

10.3.1. При отсутствии в исследуемом растворе железа, алюминия, никеля, меди, цинка, марганца, карбонатов и гидрокарбонатов

Объем исследуемого раствора, содержащий соли жесткости в количестве эквивалентов $n\left(\frac{1}{2}Ca^{2+}, \frac{1}{2}Mg^{2+}\right)$ от 0,05 до 1,00 ммоль, помещают в коническую колбу, добавляют 90—100 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 буферного раствора, 0,1 г хромогена черного и титруют при интенсивном перемешивании раствором трилона Б до перехода окраски раствора из вишнево-красной в синюю.

10.3.2. При наличии в исследуемом растворе алюминия, железа, меди, никеля, цинка и марганца

Исследуемый раствор в объеме, указанном в п. 10.3.1, помещают в коническую колбу, добавляют 10 см^3 раствора триэтаноламина, 1 см^3 раствора сернистого натрия, 3—5 капель раствора солянокислого гидроксиламина и далее анализ проводят, как указано в п. 10.3.1.

10.3.3. При наличии в исследуемом растворе карбонатов и гидрокарбонатов

Исследуемый раствор в объеме, указанном в п. 10.3.1, помещают в коническую колбу, добавляют раствор соляной кислоты в объеме, достаточном для нейтрализации общей щелочности, установленной в соответствии с разд. 6. Раствор кипятят 1—2 мин, охлаждают до температуры 20—25 °С и далее анализ проводят, как указано в п. 10.3.1.

10.4. Обработка результатов

10.4.1. Общую жесткость X, ммоль/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot 0{,}05 \cdot 1000}{V},$$

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

0,05 — молярная концентрация эквивалента в растворе трилона Б, моль/дм^3;

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

10.4.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 17.

Таблица 17

Общая жесткость, ммоль/дм^3	Допускаемое расхождение		Общая жесткость, ммоль/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, ммоль/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, ммоль/дм^3	в относительных единицах, %
0,02	0,013	65	0,40	0,20	5
0,05	0,020	40	0,80	0,30	4
0,10	0,020	20	1,60	0,40	3
0,20	0,020	10	3,20 и более	—	3

11 МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ

11.1. Комплексонометрический метод

11.1.1. Сущность метода

Кальций титруют в щелочной среде (12 pH) раствором трилона Б с индикатором мурексидом. Устранение влияния железа, алюминия, меди, цинка, никеля, марганца, карбонатов и гидрокарбонатов, как указано в разд. 10.

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

Нижний предел обнаружения составляет 3,0 мг/дм^3.

11.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Колбы мерные вместимостью 100, 1000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 5 и 10 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 25 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 гидроокись, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Мурексид, индикатор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Гидроксиламин солянокислый, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3.

Натрий сернистый, раствор с массовой концентрацией 25 г/дм^3.

Триэтаноламин, разбавленный 1:3.

Кислота соляная, раствор с молярной концентрацией эквивалента C(1 HCl) 0,1 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

11.1.3. Проведение анализа

11.1.3.1. При отсутствии в исследуемом растворе железа, алюминия, меди, цинка, никеля, марганца, карбонатов и гидрокарбонатов

Объем исследуемого раствора, содержащий 2—20 мг кальция, помещают в коническую колбу, добавляют 90—100 см^3 дистиллированной воды, 2 см^3 раствора гидроокиси натрия, 0,2—0,3 г мурексида и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из розово-красной в фиолетовую.

11.1.3.2. При наличии в исследуемом растворе алюминия, железа, меди, никеля, цинка и марганца

Объем исследуемого раствора, содержащий 2—20 мг кальция, помещают в коническую колбу, добавляют 10 см^3 раствора триэтаноламина, 1 см^3 раствора сернистого натрия, 3—5 капель раствора солянокислого гидроксиламина и далее анализ проводят, как указано в п. 11.1.3.1.

11.1.3.3. При наличии в исследуемом растворе карбонатов и гидрокарбонатов.

Объем исследуемого раствора, содержащий 2—20 мг кальция, помещают в коническую колбу, добавляют раствор соляной кислоты в объеме, достаточном для нейтрализации общей щелочности, установленной в соответствии с разд. 6. Раствор кипятят 1—2 мин, охлаждают до температуры 20—25 °С и далее анализ проводят, как указано в п. 11.1.3.1.

11.1.4. Обработка результатов

11.1.4.1. Массовую концентрацию кальция X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot 0{,}0010 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

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

0,0010 — масса кальция, 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.

11.1.4.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 18.

Таблица 18

Массовая концентрация кальция, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация кальция, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
2,6	1,7	65	50,0	2,5	5
5,0	1,7	34	100,0	3,4	3
10,0	1,8	18	200,0 и более	—	3
20,0	2,0	10			

11.2. Потенциометрический метод

11.2.1. Сущность метода

Кальций в исследуемом растворе определяют по изменению ЭДС цепи, состоящей из кальцийселективного электрода, электрода сравнения, измерительной ячейки с исследуемым раствором и лабораторного pH-метра или иономера.

Влияние карбонатов и гидрокарбонатов, присутствующих в исследуемом растворе, устраняют подкислением его с последующим нагреванием до кипения; влияние солей учитывают построением градуировочного графика, построенного на фоне имитирующего раствора (см. справочное приложение).

Метод применяют при определении массовой концентрации кальция от 15 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 4 мг/дм^3.

Применение метода ограничено диапазоном 6—8 pH исследуемого и имитирующего растворов и присутствием в исследуемом растворе магния с массовой концентрацией не более 50 мг/дм^3.

11.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

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

Электрод измерительный кальцийселективный с электрическим сопротивлением 0,1—3,0 мОм.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный по ГОСТ 17792—72.

Термокомпенсатор автоматический с инерционностью не более 3 мин.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 1 и 10 см^3.

Стаканы химические вместимостью 200 см^3.

Имитирующий раствор, раствор хлористого натрия с массовой концентрацией 1,3—65,0 г/дм^3 в зависимости от массовой концентрации сухого остатка, определенной в соответствии с разд. 3; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 1,3—65,0 г хло-

ристого натрия, растворяют в 200 см³ дистиллированной воды, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Метиловый красный, индикатор, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/дм³; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Натрия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 4 г/дм³.

Кислота соляная, разбавленная 1:100.

Стандартный раствор, 1 см³ раствора должен содержать 1 мг кальция; готовят по ГОСТ 4212—76.

11.2.3. Построение градуировочного графика — по п. 2.1 приложения

11.2.4. Проведение анализа

11.2.4.1. При отсутствии в исследуемом растворе карбонатов и гидрокарбонатов

Исследуемый раствор с массовой концентрацией кальция не менее 15 мг/дм³ помещают в измерительную ячейку, погружают электроды и термокомпенсатор и через 2 мин измеряют ЭДС по шкале pH-метра.

11.2.4.2. При наличии в исследуемом растворе карбонатов и гидрокарбонатов

100 см³ исследуемого раствора помещают в химический стакан, добавляют раствор соляной кислоты в объеме, достаточном для нейтрализации общей щелочности, установленной в соответствии с разд. 6. Раствор кипятят, упаривая его до объема 80—90 см³, охлаждают, добавляют 2—3 капли индикатора и по каплям раствор гидроокиси натрия до изменения окраски из красной в желтую и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор помещают в измерительную ячейку и далее анализ проводят, как указано в п. 11.2.4.1.

11.2.5. Обработка результатов

11.2.5.1. Массовую концентрацию кальция находят по градуировочному графику.

11.2.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 9 % — для лабораторных иономеров с основной погрешностью ±1 мВ и 20 % — для лабораторных иономеров с основной погрешностью ±2,5 мВ.

12. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ В ПРИСУТСТВИИ КАЛЬЦИЯ

12.1. Сущность метода

Сумму кальция и магния титруют раствором трилона Б в присутствии аммонийно-аммиачного буферного раствора (9—10 pH) с индикатором-хромогеном черным. При обработке результатов учитывают объем раствора трилона Б, израсходованный на определение кальция в соответствии с п. 11.1.3.

Метод применяют при определении массовой концентрации магния от 20 мг/дм³ и более.

Нижний предел обнаружения составляет 2,0 мг/дм³.

12.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 10.2.

12.3. Проведение анализа, как указано в п. 10.3.

12.4. Обработка результатов

12.4.1. Массовую концентрацию магния X, мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0{,}0006 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция в соответствии с п. 11.1.4.1, см³;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция и магния, см³;

0,0006 — масса магния, эквивалентная массе трилона Б в 1 см³ раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм³, г;

V — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см³.

12.4.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 19.

Таблица 19

Массовая концентрация магния, мг/дм³	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация магния, мг/дм³	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм³	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм³	в относительных единицах, %
1,7	1,2	70	20,0	1,5	8
5,0	1,2	24	50,0	2,5	5
10,0	1,3	13	100,0 и более	—	3

13. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФАТОВ

13.1. Гравиметрический метод

13.1.1 Сущность метода

Сульфаты осаждают из горячего солянокислого раствора раствором хлористого бария. Осадок сульфата бария отделяют фильтрованием, прокаливают и взвешивают.

Метод применяют при определении массовой концентрации сульфатов от 80 мг/дм³ и более. Нижний предел обнаружения составляет 9,0 мг/дм³.

13.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Печь муфельная.

Эксикатор.

Тигли фарфоровые.

Фильтры ФОМ по ГОСТ 12026—76.

Воронки стеклянные.

Стаканы химические вместимостью 250 см³.

Колбы мерные вместимостью 1000 см³.

Пипетки без делений вместимостью 5, 10, 25, 50 см³.

Барий хлористый, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Кислота азотная.

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

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

Серебро азотнокислое, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³; готовят следующим образом: 1 г азотнокислого серебра растворяют в дистиллированой воде, добавляют 0,2 см³ азотной кислоты и доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см³.

13.1.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 5—250 мг сульфатов, помещают в стакан и доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см³. Добавляют 2—3 капли индикатора, соляную кислоту до изменения окраски раствора из желтой в розовую и добавляют 2 см³ соляной кислоты в избыток. Раствор нагревают до кипения и добавляют при помешивании 5 см³ горячего раствора хлористого бария. Раствор с осадком выдерживают в течение 6—8 ч, фильтруют через двойной фильтр, затем промывают осадок горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на хлор-ион (проба с раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком помещают в прокаленный и взвешенный тигель и выдерживают в муфельной печи при температуре 800—850 °С в течение 1,5 ч. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе до температуры 20—25 °С и взвешивают.

13.1.4. Обработка результатов

13.1.4.1. Массовую концентрацию сульфатов X, мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}4115 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса тигля, г;

0,4115 — коэффициент для пересчета массы сернокислого бария на массу сульфатов;

V — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см³.

13.1.4.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 20.

Таблица 20

Массовая концентрация сульфатов, мг/дм³	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация сульфатов, мг/дм³	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм³	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм³	в относительных единицах, %
4,4	3,0	69	328,0	8,9	3
8,2	3,1	38	656,0	14,9	2
82,0	4,4	5	981,0	20,6	2
164,0	5,9	4	1000,0 и более	—	2

13.2. Комплексонометрический метод

13.2.1. Сущность метода

Сульфаты осаждают из солянокислого раствора раствором хлористого бария. Осадок сульфата бария отделяют фильтрованием и растворяют в избытке трилона Б. Избыток трилона Б титруют раствором сернокислого магния с индикатором — хромогеном черным.

Метод применяют при определении массовой концентрации сульфатов от 160,0 мг/дм³ и более.

Нижний предел обнаружения составляет 15,0 мг/дм³.

13.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Колбы мерные вместимостью 100, 1000, 2000 см³.

Пипетки без делений вместимостью 5, 10, 20, 25, 50 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Фильтры ФОМ по ГОСТ 12026—76.

Воронки стеклянные.

Барий хлористый, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

Кислота серная, разбавленная 1:4.

Аммиак водный, разбавленный 2:1.

Буферный раствор; готовят, как указано в п. 10.2.

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/дм³; готовят из стандарт-титра.

Магний сернокислый, стандарт-титр.

Магний сернокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}MgSO_4 \cdot 7H_2O\right)$ 0,05 моль/дм³; готовят из стандарт-титра.

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

Хромоген черный специальный ЕТ-00, индикатор; готовят, как указано в п. 10.2.

13.2.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 5—25 мг сульфатов, помещают в коническую колбу и доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 см³. Добавляют 2—3 капли индикатора — метилового оранжевого, соляную кислоту до изменения окраски раствора из желтой в розовую и 4 см³ соляной кислоты в избыток. Раствор нагревают до кипения, добавляют при помешивании 5 см³ горячего раствора хлористого бария и кипятят в течение 10 мин. Через 1 ч раствор фильтруют декантацией через двойной фильтр. Осадок в колбе и на фильтре промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на барий-ион (проба с раствором серной кислоты).

Фильтр с осадком переносят в колбу, в которой проводилось осаждение, добавляют 5 см^3 раствора аммиака, 25 см^3 раствора трилона Б и кипятят в течение 10 мин до полного растворения осадка. Раствор охлаждают до температуры 20—25 °С, добавляют 50 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 буферного раствора, 0,1—0,2 г хромогена черного и титруют раствором сернокислого магния до перехода окраски раствора из синей в фиолетовую.

13.2.4. Обработка результатов

13.2.4.1. Массовую концентрацию сульфатов X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}0024 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, добавленный к исследуемому раствору, см^3;

V_2 — объем раствора сернокислого магния, израсходованный на титрование, см^3;

0,0024 — масса сульфатов, 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.

13.2.4.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 21.

Таблица 21

Массовая концентрация сульфатов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация сульфатов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
12,8	9,0	70	160,0	11,6	7
20,0	9,1	46	320,0	14,5	5
40,0	9,5	23	640,0	20,2	3
80,0	10,2	13			

13.3. Метод потенциометрического титрования

13.3.1. Сущность метода

Массовую концентрацию сульфатов в пересчете на массовую концентрацию сульфат-ионов в исследуемом растворе определяют потенциометрическим титрованием раствором хлористого бария в присутствии фторидов.

Реакция между фторид-ионами и ионами бария сопровождается изменением ЭДС цепи, состоящей из измерительного фторселективного электрода, электрода сравнения, ячейки с титруемым раствором и лабораторного pH-метра или иономера. Влияние карбонатов и бикарбонатов устраняют подкислением исследуемого раствора и последующим кипячением.

Метод применяют при определении массовой концентрации сульфатов от 1000 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 100 мг/дм^3.

13.3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Плитка электрическая.

Весы технические.

pH-метр лабораторный.

Электромагнитная мешалка.

Электрод измерительный фторселективный.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный по ГОСТ 17792—77.

Ячейка измерительная полиэтиленовая.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200 и 1000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 2 и 10 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 25 см^3.

Микробюретки вместимостью 2 и 5 см^3.

Стаканы химические вместимостью 100 см^3.

Аммоний фтористый, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3.

Спирт этиловый.

Метиловый красный, индикатор, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/дм^3; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Кислота соляная, разбавленная 1:100.

Натрия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 4 г/дм^3.

Натрий уксуснокислый безводный.

Кислота уксусная.

Буферный раствор; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 246 г уксуснокислого натрия, 180 г уксусной кислоты, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Кислота серная, стандарт-титр.

Кислота серная, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)$ 0,5 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

Барий хлористый, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}BaCl_2 \cdot 2H_2O\right)$ 0,5 моль/дм^3; готовят следующим образом: 61 г хлористого бария помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

13.3.3. Подготовка к проведению анализа

13.3.3.1. Определение поправочного коэффициента к раствору хлористого бария

Объем раствора серной кислоты (V_1 = 2 см^3) помещают в измерительную ячейку, добавляют 10—15 см^3 дистиллированной воды, 2—3 капли индикатора и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски раствора из красной в желтую. К нейтрализованному раствору добавляют 25 см^3 этилового спирта, 1 см^3 буферного раствора, 1 см^3 фтористого аммония и доводят объем раствора дистиллированной водой до 45—50 см^3. Ячейку устанавливают на электромагнитной мешалке, погружают в раствор электроды и титруют, добавляя к исследуемому раствору по 0,1—0,2 см^3 раствора хлористого бария. Измеряют ЭДС. По найденным значениям ЭДС и соответствующим им значениям объемов раствора хлористого бария строят кривую титрования. Конечную точку титрования определяют как точку изменения хода кривой титрования.

13.3.3.2. Поправочный коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1}{V},$$

где V — объем раствора хлористого бария, израсходованный на титрование, найденный по кривой титрования, см^3.

V_1 — объем раствора серной кислоты, взятый для анализа, см^3.

13.3.4. Проведение анализа

5—20 см^3 исследуемого раствора, содержащего 20—200 мг сульфатов, помещают в стакан, добавляют 2—3 капли индикатора, раствор соляной кислоты до перехода окраски раствора из желтой в красную и 1—2 см^3 раствора соляной кислоты в избыток. Растворы кипятят 1—2 мин, охлаждают до температуры 20—25 °С, переносят в измерительную ячейку и далее анализ проводят, как указано в п. 13.3.3.1.

13.3.5. Обработка результатов

13.3.5.1. Массовую концентрацию сульфатов X, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot K \cdot 0{,}024 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора хлористого бария, израсходованный на титрование, найденный по кривой титрования, см^3.

0,024 — масса сульфатов, эквивалентная массе хлористого бария в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,5 моль/дм^3, г;

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

K — поправочный коэффициент к раствору хлористого бария.

13.3.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 22.

Таблица 22

Массовая концентрация сульфатов, мг/дм³	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация сульфатов, мг/дм³	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм³	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм³	в относительных единицах, %
100	22,7	23	800	35,3	4
200	24,5	12	1000	39,4	4
400	28,0	7	2000	56,4	3
600	31,7	5			

14. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕГО ФОСФОРА

14.1. Фотоколориметрический метод с использованием восстановителя — тиомочевины

14.1.1. Сущность метода

За общий фосфор принимают все виды фосфатов, содержащихся в исследуемом растворе. Обработкой серной кислотой с надсернокислым аммонием все виды фосфатов переводят в растворимые неорганические фосфаты. С молибденовокислым аммонием фосфаты образуют гетерополикислоту, восстанавливаемую тиомочевиной в присутствии ионов меди до фосфорно-молибденового комплекса, раствор которого окрашен в синий цвет. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре.

Метод применяют при определении массовой концентрации фосфора от 200 мкг/дм³ и более.

Нижний предел обнаружения составляет 200 мкг/дм³.

14.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Плитка электрическая.

Весы технические.

Стаканы химические вместимостью 200 см³.

Колбы мерные вместимостью 100, 500 и 1000 см³.

Пипетки без делений вместимостью 1, 10, 25 см³.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Аммоний надсернокислый, раствор с массовой концентрацией 150 г/дм³.

Аммиак водный, разбавленный 1:1.

Квасцы железоаммонийные, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³; готовят следующим образом: 10 г железоаммонийных квасцов растворяют в 40 см³ горячей дистилированной воды, добавляют 5 см³ соляной кислоты, фильтруют и доводят объем раствора до 100 см³.

Кислота серная, разбавленная 1:4.

Кислота соляная, раствор плотностью 1,105 г/см³.

Медь сернокислая, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Тиомочевина, раствор с массовой концентрацией 80 г/дм³.

Аммоний молибденовокислый, раствор с массовой концентрацией 50 г/ дм³.

Восстановительная смесь; готовят следующим образом: к 150 см³ раствора сернокислой меди добавляют 700 см³ раствора тиомочевины. Смесь выдерживают в течение 24 ч и фильтруют.

Основной стандартный раствор, 1 см³ раствора должен содержать 1 мг фосфора; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор, 1 см³ раствора должен содержать 10,0 мкг фосфора; готовят следующим образом: 1 см³ основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

14.1.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 10—70 мкг фосфора, помещают в стакан, добавляют 1 см³ серной кислоты и 3 см³ надсернокислого аммония и кипятят, упаривая раствор до объема 10—15 см³. После охлаждения до температуры 20—25 °С раствор фильтруют, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора железо-аммонийных квасцов и нейтрализуют раствором аммиака до выпадения гидроокиси железа. Гидроокись железа растворяют, добавляя по каплям соляную кислоту. К полученному раствору добавляют 2 см³ соляной кислоты и 10 см³ восстановительной смеси. Через 2—3 мин в раствор вводят 10 см³ соляной кислоты и по каплям при

перемешивании 8 см^3 раствора молибденовокислого аммония. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (длина волны $\lambda = 690$ нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. Для сравнения используют дистиллированную воду с добавлением всех реактивов. Массу фосфора в пробе находят по градуировочному графику.

14.1.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 см^3 рабочего стандартного раствора, что соответствует 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 мкг фосфора. Далее анализ проводят, как указано в п. 14.1.3. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы фосфора строят градуировочный график.

14.1.5. Обработка результатов

14.1.5.1. 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.

14.1.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 23.

Таблица 23

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, %
200	153	76	1600	267	17
300	161	54	2000	300	15
400	169	42	3000	384	13
800	202	25	4000	464	12
1200	235	20	5000 и более	—	11

14.2. Фотоколориметрический метод с использованием восстановителя — аскорбиновой кислоты

14.2.1. Сущность метода

Фосфорно-молибденовую гетерополикислоту восстанавливают аскорбиновой кислотой в присутствии ионов сурьмы (III) до фосфорно-молибденового комплекса, раствор которого окрашен в синий цвет. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре.

Метод применяют при определении массовой концентрации фосфора от 20 мкг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляют 5 мкг/дм^3.

14.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Плитка электрическая.

Весы технические.

Стаканы химические вместимостью 100 см^3.

Мензурки вместимостью 250 и 500 см^3.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 10 и 25 см^3.

Аммоний молибденовокислый, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм^3.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3, устойчив в течение трех недель. Хранить раствор при температуре не выше 10 °С.

Калий сурьмяновиннокислый, раствор с массовой концентрацией 7 г/дм^3.

Кислота серная, разбавленная 1:4.

Кислота серная, раствор с молярной концентрацией эквивалента 5 моль/дм^3. Готовят следующим образом: 35 см^3 концентрированной серной кислоты добавляют к 200 см^3 дистиллированной воды и доводят объем раствора до 250 см^3.

Смесь реактивов; готовят следующим образом: 250 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 5 моль/дм^3 смешивают с 50 см^3 раствора молибденовокислого аммония, добавляют 50 см^3 аскорбиновой кислоты и 25 см^3 сурьмяновиннокислого калия. Раствор устойчив в течение 24 ч.

Натрия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Фенолфталеин, индикатор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Основной стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 1 мг фосфора; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 5 мкг фосфора; готовят следующим образом: 5 см^3 основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

14.2.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 2,5—10,0 мкг фосфора, помещают в стакан, добавляют 1 см^3 разбавленной 1:4 серной кислоты и 3 см^3 надсернокислого аммония, доводят до кипения и кипятят, упаривая раствор до объема 10—15 см^3. После охлаждения до температуры 20—25 °С добавляют одну каплю раствора фенолфталеина и раствор гидроокиси натрия до появления слабо-розовой окраски. Раствор помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 5 см^3 смеси реактивов, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (длина волны λ=690 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду с добавлением всех реактивов. Массу фосфора в пробе находят по градуировочному графику.

14.2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 см^3 помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см^3 рабочего стандартного раствора, что соответствует 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 мкг фосфора. Далее анализ проводят, как указано в п. 14.2.3. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы фосфора строят градуировочный график.

14.2.5. Обработка результатов

14.2.5.1. 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.

14.2.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 24.

Таблица 24

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, %
5	3,5	76	50	7,5	15
10	4,2	42	80	9,9	12
20	5,0	25	120	13,2	11
30	5,9	20	160	16,5	10
40	6,7	17	200 и более	—	10

15. ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АКТИВНОГО ХЛОРА

15.1. Сущность метода

При взаимодействии активного хлора с йодид-ионами выделяется йод, который титруют раствором серноватистокислого натрия с использованием индикатора — крахмала.

Метод применяют при определении массовой концентрации активного хлора от 5 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,5 мг/дм^3.

15.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 750 см^3.

Колбы мерные вместимостью 500 и 1000 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 1 и 5 см^3.

Микробюретка вместимостью 5 см^3.

Кислота уксусная ледяная.

Натрий углекислый 10-водный.

Калий йодистый кристаллический.

Натрий серноватистокислый, стандарт-титр.

Натрий серноватистокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O\right)$ 0,1 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

Натрий серноватистокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3; готовят следующим образом: 100 см^3 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 0,2 г углекислого натрия, доводят объем свежепрокипяченной и охлажденной до 20—25 °С дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Крахмал, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм^3; готовят по ГОСТ 4517—87.

15.3. Проведение анализа

500 см^3 исследуемого раствора помещают в коническую колбу, добавляют 5 см^3 уксусной кислоты и 1 г йодистого калия. Выделившийся йод оттитровывают 0,01 н. раствором серноватистокислого натрия до светло-желтой окраски, после чего добавляют 1 см^3 крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски. Одновременно через все стадии анализа проводят раствор, содержащий реактивы и дистиллированную воду.

15.4. Обработка результатов

15.4.1. Массовую концентрацию активного хлора X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}000355 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

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

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

0,000355 — масса хлора, эквивалентная массе серноватистокислого натрия в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3, г;

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

15.4.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 25.

Таблица 25

Массовая концентрация активного хлора, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация активного хлора, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
0.5	0,3	70	20,0	0,7	3
2.5	0,4	15	40,0	1,1	3
5,0	0,4	8	50,0 и более	—	3
10.0	0.5	5			

16. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

16.1. Фотоколориметрический метод с использованием сульфосалициловой кислоты

16.1.1. Сущность метода

Ионы трехвалентного железа образуют с сульфосалицилатионами комплексное соединение, раствор которого в щелочной среде окрашен в желтый цвет. Двухвалентное железо в условиях анализа переходит в трехвалентное. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре.

Метод применяют при определении массовой концентрации железа от 200 мкг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 40 мкг/дм^3.

16.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Весы технические.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 5, 20 и 50 см^3.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Аммоний хлористый, раствор с молярной концентрацией 2 моль/дм^3; готовят следующим образом: 107 г хлористого аммония растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1000 см^3.

Аммиак водный, разбавленный 1:1.

Кислота сульфосалициловая, раствор с массовой концентрацией 300 г/дм^3.

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

Основной стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 1 мг железа; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 10 мкг железа; готовят следующим образом: 1 см^3 основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

16.1.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 10—100 мкг железа, помещают в коническую колбу, добавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты и упаривают до объема 10—15 см^3. Полученный раствор разбавляют дистиллированной водой и фильтруют, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 2 см^3 раствора хлористого аммония, 2 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и 5 см^3 аммиака. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (длина волны $\lambda = 400 \div 430$ нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду. Массу железа в пробе находят по градуировочному графику.

16.1.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 см^3 рабочего стандартного раствора, что должно соответствовать 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 мкг железа. Далее анализ проводят, как указано в п. 16.1.3. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы железа строят градуировочный график.

16.1.5. Обработка результатов

16.1.5.1. Массовую концентрацию железа X, мкг/дм^3, вычисляют по формуле

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

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

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

16.1.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 26.

Таблица 26

Массовая концентрация железа, мкг/дм³	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация железа, мкг/дм³	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мкг/дм³	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мкг/дм³	в относительных единицах, %
40	30,5	76	500	68,2	14
100	30,8	31	700	84,5	12
200	43,6	22	1000 и более	—	11
300	51,8	17			

16.2. Фотоколориметрический метод с использованием *о*-фенантролина

16.2.1. Сущность метода

Ионы железа (II) образуют с *о*-фенантролином комплексное соединение, раствор которого окрашен в оранжевый цвет. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре. Ионы железа (III) восстанавливают до железа (II) солянокислым гидроксиламином.

Метод применяют при определении массовой концентрации железа от 100 мкг/дм³ и более.

Нижний предел обнаружения составляет 20 мкг/дм³.

16.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Стаканы химические вместимостью 300 см³.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200 и 1000 см³.

Пипетки без делений вместимостью 1, 5 и 10 см³.

о-Фенантролин, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Гидроксиламин солянокислый, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Натрий уксуснокислый, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Кислота соляная, разбавленная 1:3.

Основной стандартный раствор, 1 см³ раствора должен содержать 1 мг железа; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор, 1 см³ раствора должен содержать 5 мкг железа; готовят следующим образом: 5 см³ основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

16.2.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 5—100 мкг железа, помещают в стакан, добавляют 1 см³ соляной кислоты и упаривают до объема 10—15 см³. Раствор охлаждают до температуры 20—25 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, 1 см³ раствора *о*-фенантролина и 10 см³ раствора уксуснокислого натрия. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (длина волны $\lambda = 500$ нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. Массу железа в пробе находят по градуировочному графику.

16.2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 см³ помещают 1, 2, 4, 8, 12, 16, 20 см³ рабочего стандартного раствора, что должно соответствовать 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100 мкг железа. Далее анализ проводят, как указано в п. 16.2.3. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы железа строят градуировочный график.

16.2.5. Обработка результатов

16.2.5.1. Массовую концентрацию железа X, мкг/дм³, вычисляют по формуле

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

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

V — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см³.

16.2.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 27.

Таблица 27

Массовая концентрация железа, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация железа, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %
20	15,3	76	400	46,4	12
40	16,9	42	600	62,7	10
100	21,8	22	1000	—	10
200	30,0	15			

16.3. Фотоколориметрический метод с использованием 2,2′-дипиридила

16.3.1. Сущность метода

Ионы железа (II) образуют с 2,2′-дипиридилом комплексное соединение, раствор которого окрашен в красный цвет. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре. Ионы железа (III) восстанавливают до железа (II) солянокислым гидроксиламином.

Метод применяют при определении массовой концентрации железа от 80 мкг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 20 мкг/дм^3.

16.3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Стаканы химические вместимостью 300 см^3.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200, 1000 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 1, 5, 10 и 50 см^3.

2,2′-дипиридил солянокислый, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3.

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

Натрий уксуснокислый, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3.

Кислота соляная, разбавленная 1:3.

Основной стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 1 мг железа; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 5 мкг железа; готовят следующим образом: 5 см^3 основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

16.3.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 4—100 мкг железа, помещают в стакан, добавляют 1 см^3 раствора соляной кислоты и упаривают до объема 10—15 см^3. Раствор охлаждают до температуры 20—25 °С и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 1 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, 5 см^3 раствора 2,2′-дипиридила и 10 см^3 раствора уксуснокислого натрия. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (длина волны λ = 540 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. Массу железа в пробе находят по градуировочному графику.

16.3.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 см^3 помещают 0,8; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0; 20,0 см^3 рабочего стандартного раствора, что должно соответствовать 4, 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100 мкг железа. Далее анализ проводят, как указано в п. 16.3.3. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы железа строят градуировочный график.

16.3.5. Обработка результатов

16.3.5.1. Массовую концентрацию железа X, мкг/дм^3, вычисляют по формуле

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

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

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

16.3.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 28.

Таблица 28

Массовая концентрация железа, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация железа, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %
20	15,2	76	280	36,4	13
40	16,8	42	400	48,0	12
80	20,0	25	600 и более	—	10
160	25,6	16			

17. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАТРИЯ

17.1. Пламенно-фотометрический метод

17.1.1. Сущность метода

При температуре 1800 °С и более присутствие в пламени горелки пламенного фотометра атомов натрия вызывает излучение, за счет которого в цепи электросхемы фотоэлемента возникает электрический ток. Сила тока пропорциональна массовой концентрации натрия в исследуемом растворе.

Метод применяют при определении массовой концентрации натрия от 4 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,7 мг/дм^3.

17.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Пламенный фотометр со шкалой деления по массовой концентрации натрия 0—40 мг/дм^3, основной погрешностью определения 0,5 мг/дм^3, с интерференционным светофильтром на натрий при длине волны $\lambda = (589 \pm 5)$ нм.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75 или пропан-бутан по ГОСТ 20448—90.

Редукторы для газопламенной обработки: ацетиленовый или пропан-бутановый по ГОСТ 13861—89.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 1 и 5 см^3.

Вода дистиллированная свежеперегнанная.

Стаканы химические вместимостью 50 и 100 см^3.

Стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 1 мг натрия; готовят по ГОСТ 4212—76.

17.1.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 4—40 мг натрия, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Зафиксировав нулевое положение прибора по дистиллированной воде, вводят в пламя горелки прибора разбавленный раствор и измеряют силу тока по шкале прибора.

Массовую концентрацию натрия находят по градуировочному графику.

17.1.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0 см^3 стандартного раствора; дистиллированной водой доводят объемы растворов до метки и перемешивают. Растворы должны иметь массовую концентрацию соответственно 2, 5, 10, 15, 20, 30, 40 мг/дм^3.

Зафиксировав нулевое положение шкалы пламенного фотометра по дистиллированной воде, вводят в пламя горелки прибора стандартные растворы последовательно в порядке возрастания массовой концентрации натрия, измеряя при этом силу тока.

По найденным значениям силы тока и соответствующим им значениям массовой концентрации натрия строят градуировочный график.

17.1.5. Обработка результатов

17.1.5.1. Массовую концентрацию натрия X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация натрия, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

V_1 — объем раствора в мерной колбе, использованной для разведения исследуемого раствора, см^3;

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

17.1.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 29.

Таблица 29

Массовая концентрация натрия, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация натрия, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
0,7	0,5	71	7,0	0,6	9
1,0	0,5	50	10,0	0,6	6
2,0	0,5	25	15,0	0,7	5
3,0	0,5	17	20,0	0,8	4
4,0	0,5	12	30,0	0,9	3
5,0	0,5	10	40,0 и более	—	3

17.2. Потенциометрический метод

17.2.1. Сущность метода

Натрий в исследуемом растворе определяют по изменению ЭДС цепи, состоящей из натрийселективного электрода, электрода сравнения, измерительной ячейки с исследуемым раствором и лабораторного pH-метра или иономера. Влияние солей, присутствующих в исследуемом растворе, учитывают построением градуировочного графика на фоне имитирующего раствора.

Метод применяют при определении массовой концентрации натрия от 200 мг/дм^3 и более в диапазоне 6—8 pH исследуемого и имитирующего растворов.

Нижний предел обнаружения составляет 23 мг/дм^3.

17.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Электрод измерительный натрийселективный с электрическим сопротивлением 20—200 мОм.

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 без делений вместимостью 1 и 10 см^3.

Натрий хлористый.

Имитирующий раствор, раствор хлористого магния с массовой концентрацией по безводной соли 0,7—35 г/дм^3 в зависимости от массовой концентрации сухого остатка, определенной в соответствии с разд. 3; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 1,5—75,0 г 6-водного хлористого магния, растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды и перемешивают.

Стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 50 мг натрия; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 127,198 г хлористого натрия, растворяют в 300—500 см^3 дистиллированной воды, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

17.2.3. Проведение анализа

Исследуемый раствор с массовой концентрацией натрия не менее 200 мг/дм^3 помещают в измерительную ячейку, погружают электроды, термокомпенсатор и измеряют ЭДС по шкале pH-метра.

17.2.4. Построение градуировочного графика — по п. 2.2 приложения.

17.2.5. Обработка результатов

17.2.5.1. Массовую концентрацию натрия находят по градуировочному графику.

17.2.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 3,5; 8,0; 17,7 % при использовании иономеров с основной погрешностью соответственно ±1,0; ±2,5; ±5,0 мВ.

18. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛИЯ

18.1. Пламенно-фотометрический метод

18.1.1. Сущность метода — по п. 17.1.1.

Влияние ионизации атомов калия устраняют добавлением к исследуемому раствору хлористого натрия.

Метод применяют при определении массовой концентрации калия от 5 до 50 мг/дм^3.

Нижний предел обнаружения составляет 4 мг/дм^3.

18.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Пламенный фотометр со шкалой деления по массовой концентрации калия 0—100 мг/дм^3, основной погрешностью ±3 мг/дм^3, с интерференционным светофильтром длиной волны λ_{max} = (766±5) нм.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75 или пропан-бутан по ГОСТ 20448—90.

Редукторы для газопламенной обработки: ацетиленовый или пропан-бутановый по ГОСТ 13861—89.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 1 и 5 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 20 см^3.

Стаканы химические вместимостью 50 и 100 см^3.

Стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 1 мг калия; готовят по ГОСТ 4212—76.

Натрий хлористый, раствор с массовой концентрацией 110 г/дм^3.

18.1.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 0,5—5,0 мг калия, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора хлористого натрия, доводят до метки дистиллированной водой и далее анализ проводят, как указано в п. 17.1.3.

18.1.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 1, 2, 4, 6, 8, 10 см^3 стандартного раствора, добавляют 5 см^3 раствора хлористого натрия, дистиллированной водой доводят объемы растворов до метки и перемешивают. Растворы должны иметь массовую концентрацию калия соответственно 10, 20, 40, 60, 80, 100 мг/дм^3. Далее построение градуировочного графика проводят, как указано в п. 17.1.4.

18.1.5. Обработка результатов

18.1.5.1. Массовую концентрацию калия X, мг/дм^3, вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация калия, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

V_1 — объем раствора в мерной колбе, использованной для разведения исследуемого раствора, см^3;

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

18.1.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 30.

Таблица 30

Массовая концентрация калия, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация калия, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
4	2,8	70	25	3,0	12
6	2,8	47	30	3,0	10
10	3,0	30	40	3,2	8
15	3,0	20	50	3,5	7
20	3,0	15			

18.2. Потенциометрический метод

18.2.1. Сущность метода

Калий в исследуемом растворе определяют по изменению ЭДС цепи, состоящей из калийселективного электрода, электрода сравнения, измерительной ячейки с исследуемым раствором и лабораторного pH-метра или иономера. Влияние солей, присутствующих в исследуемом растворе, учитывают в соответствии с п. 17.2.1.

Метод применяют при определении массовой концентрации калия от 4 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,4 мг/дм^3.

18.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Электрод измерительный калийселективный с электрическим сопротивлением 5—40 мОм.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный по ГОСТ 17792—72.

Термокомпенсатор автоматический с тепловой инерционностью не более 3 мин.

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 1 и 10 см^3.

Имитирующий раствор; готовят в соответствии с п. 11.2.2.

Стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 1 мг калия; готовят по ГОСТ 4212—76.

18.2.3. Проведение анализа

Исследуемый раствор с массовой концентрацией калия не менее 4 мг/дм^3 помещают в измерительную ячейку и далее анализ проводят, как указано в п. 17.2.3.

18.2.4. Построение градуировочного графика — по п. 2.3 приложения.

18.2.5. Обработка результатов

18.2.5.1. Массовую концентрацию калия находят по градуировочному графику.

18.2.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 3,5; 8,0; 17,7 % при использовании лабораторных pH-метров и иономеров с основной погрешностью соответственно ±1,0; ±2.5; ±5,0 мВ.

19. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

19.1. Сущность метода

Исследуемый раствор обрабатывают раствором диэтилдитиокарбамата натрия, в результате чего образуется желто-коричневый осадок диэтилдитиокарбамата меди, который экстрагируют хлороформом. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре.

Влияние никеля, марганца и железа устраняют добавлением растворов трилона Б и лимоннокислого аммония.

Для устранения влияния нефтепродуктов проводят предварительную экстракцию без добавления диэтилдитиокарбамата натрия.

Метод применяют при определении массовой концентрации меди от 20 мкг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 2 мкг/дм^3.

19.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы технические.

Фотоэлектроколориметр.

Воронки делительные вместимостью 250—300 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 25, 100, 1000 $см^3$.

Пипетки с делениями вместимостью 5 и 10 $см^3$.

Цилиндры мерные вместимостью 100 $см^3$.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Диэтилдитиокарбамат натрия, раствор с массовой концентрацией 10 $г/дм^3$. Хранят в посуде из темного стекла.

Аммиак, разбавленный 1:1.

Хлороформ.

Аммоний лимоннокислый, раствор с массовой концентрацией 400 $г/дм^3$.

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

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

Рабочий стандартный раствор, 1 $см^3$ раствора должен содержать 5 мкг меди; готовят следующим образом: 5 $см^3$ основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

19.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 5—100 мкг меди, помещают в делительную воронку, добавляют 90—100 $см^3$ дистиллированной воды, 5 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония, 10 $см^3$ раствора трилона Б, 10 $см^3$ раствора аммиака и 10 $см^3$ хлороформа и встряхивают в течение 2 мин. После отстаивания слой хлороформа удаляют. Экстракцию продолжают до тех пор, пока слой хлороформа перестанет окрашиваться. В делительную воронку добавляют 10 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и экстрагируют комплексную соль хлороформом 2 раза по 10 $см^3$, энергично встряхивая раствор в течение 2 мин. После отстаивания слои хлороформа сливают через фильтр в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$. Объем объединенных экстрактов доводят хлороформом до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (длина волны $\lambda = 430$ нм) в кювете с крышкой с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют хлороформ. Массу меди в пробе находят по градуировочному графику.

19.4. Построение градуировочного графика

В делительные воронки помещают 1, 2, 3, 4, 7, 10, 15, 20 $см^3$ рабочего стандартного раствора, что соответствует 5, 10, 15, 20, 35, 40, 70, 100 мкг меди. Добавляют 90—100 $см^3$ дистиллированной воды и далее — по п. 19.3. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы меди строят градуировочный график.

19.5. Обработка результатов

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

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

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

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

19.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 31.

Таблица 31

Массовая концентрация меди, $мкг/дм^3$	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация меди, $мкг/дм^3$	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, $мкг/дм^3$	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, $мкг/дм^3$	в относительных единицах, %
2	1,5	76	20	3,0	15
4	1,7	42	30	3,8	13
7	1,9	28	50	5,5	11
10	2.2	22	70 и более	—	10

20. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

20.1. Сущность метода

Никель образует с диметилглиоксимом в щелочной среде в присутствии окислителя — надсернокислого аммония комплексное соединение красного цвета. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре.

Метод применяют при определении массовой концентрации никеля от 20,0 мкг/дм^3 и более. Нижний предел обнаружения составляет 5 мкг/дм^3.

20.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы технические.

Фотоэлектроколориметр.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 5 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 10 и 20 см^3.

Натрия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Диметилглиоксим, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3; готовят следующим образом: 10 г диметилглиоксима растворяют в 1000 см^3 раствора гидроокиси натрия.

Кислота винная, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3.

Аммоний надсернокислый, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм^3.

Основной стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 1 мг никеля; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 10 мкг никеля; готовят следующим образом: 1 см^3 основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

20.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 5—35 мкг никеля, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют растворы: 5 см^3 раствора винной кислоты, 20 см^3 раствора гидроокиси натрия, 10 см^3 раствора надсернокислого аммония и 10 см^3 раствора диметилглиоксима, перемешивая раствор после добавления каждого реактива. Через 2—3 мин доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 5—7 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (длина волны λ = 430 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду с добавлением всех реактивов. Массу никеля в пробе находят по градуировочному графику.

20.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 см^3 рабочего стандартного раствора, что соответствует 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 мкг никеля в пробе, добавляют 10 см^3 дистиллированной воды и далее анализ проводят, как указано в п. 20.3.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы никеля строят градуировочный график.

20.5. Обработка результатов

20.5.1. Массовую концентрацию никеля X, мкг/дм^3, вычисляют по формуле

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

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

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

20.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 32.

Таблица 32

Массовая концентрация никеля, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация никеля, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %
5	3,8	76	70	9,1	13
10	4,0	40	100	11,6	12
20	5,1	25	150	15,7	11
40	6,3	16	200 и более	—	10

21. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА (III)

21.1. Сущность метода

Хром (III) выделяют в виде осадка, используя гидрат окиси алюминия. Осадок растворяют в серной кислоте и окисляют хром (III) до хрома (VI) раствором аммония надсернокислого. Хром (VI) в кислой среде образует с дифенилкарбазидом комплексное соединение, окрашенное в красно-фиолетовый цвет. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре.

Метод применяют при определении массовой концентрации хрома (III) от 4 мкг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 1 мкг/дм^3.

21.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы технические.

Плитка электрическая.

Фотоэлектроколориметр.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.

Стаканы химические вместимостью 200—250 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 1 и 5 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 10 и 20 см^3.

Воронки стеклянные.

Спирт этиловый.

Дифенилкарбазид, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3; готовят следующим образом: 0,1 г дифенилкарбазида растворяют в 100 см^3 этилового спирта.

Кислота серная концентрированная.

Алюминий сернокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента 2,5 моль/дм^3; готовят следующим образом: 277 г сернокислого алюминия растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды и подкисляют раствор 3—5 каплями серной кислоты.

Аммоний надсернокислый, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм^3.

Серебро азотнокислое, раствор с массовой концентрацией 25 г/дм^3.

Аммиак водный, разбавленный 1:1.

Кислота фосфорная концентрированная.

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

Кислота серная, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,2 моль/дм^3; готовят следующим образом: 6 см^3 концентрированной серной кислоты добавляют к 1000 см^3 дистиллированной воды.

Основной стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 1 мг хрома; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 10 мкг хрома; готовят следующим образом: 10 см^3 основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

21.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 1—50 мкг хрома, помещают в стакан, добавляют 1 см^3 раствора сернокислого алюминия и нагревают до кипения. В горячий раствор вводят 1—2 капли индикатора и раствор аммиака до перехода окраски раствора в желтый цвет. Раствор фильтруют, осадок промывают горячей дистиллированной водой и смывают с фильтра водой в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают горячей серной кислотой (концентрацией 0,2 моль/дм^3), собирая ее в стакан. Содержимое стакана нагревают до кипения, добавляют 1 см^3 раствора азотнокислого серебра и 10 см^3 раствора аммония надсернокислого и продолжают кипячение в течение 15— 20 мин (до полного разложения надсернокислого аммония). Раствор упаривают до объема 50—60 см^3, охлаждают до температуры 20—25 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 0,15 см^3 фосфорной кислоты, 1 см^3 раствора дифенилкарбазида, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (длина волны λ = 540 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду с добавлением всех реактивов. Массу хрома в пробе находят по градуировочному графику.

21.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 5,0 см^3 рабочего стандартного раствора, что соответствует 1, 2, 3, 4, 5, 7, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 и 50 мкг хрома, добавляют 10 см^3 дистиллированной воды и далее анализ проводят, как указано в п. 21.3. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы хрома строят градуировочный график.

21.5. Обработка результатов

21.5.1. Массовую концентрацию хрома (III) X, мкг/дм^3, вычисляют по формуле

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

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

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

21.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 33.

Таблица 33

Массовая концентрация хрома, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация хрома, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %
1	0,8	80	10	1,5	15
2	0,8	40	20	2,3	12
4	1,0	25	50	4,8	10
7	1,3	19	100 и более	—	10

22. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕАКЦИОННО-СПОСОБНОЙ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

22.1. Сущность метода

Двуокись кремния, связанная в растворе с мономерными формами кремнекислоты, реагирует с молибденовокислым аммонием с образованием кремнемолибденовой гетерополикислоты, растворы которой окрашены в желтый цвет. Образовавшуюся кремнемолибденовую гетерополикислоту восстанавливают в кислой среде смесью метола и сернистокислого натрия. В результате реакции образуется комплексное соединение, раствор которого окрашен в синий цвет. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре.

Метод применяют при определении массовой концентрации двуокиси кремния от 200 мкг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 50 мкг/дм^3.

22.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 5 и 20 см^3.

Полиэтиленовая посуда вместимостью 1000 см^3.

Раствор молибденовый; готовят следующим образом: 12 г молибденовокислого аммония, 1 г надсернокислого аммония и 150 г сернокислого натрия растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

Раствор для восстановления; готовят следующим образом: 10 г метола и 80 г метабисульфита калия растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

Кислота щавелевая, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

Основной стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 1 мг двуокиси кремния; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 10 мкг двуокиси кремния; готовят следующим образом: 10 см^3 основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

22.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 5—50 мкг двуокиси кремния, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 3 см^3 молибденового раствора и перемешивают. Через 5 мин порциями по 0,5 см^3 при перемешивании добавляют 2,5 см^3 щавелевой кислоты, 1,5 см^3 раствора для восстановления, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Через 6—8 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (длина волны $\lambda = 600$ нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду с добавлением всех реактивов. Массу двуокиси кремния в пробе находят по градуировочному графику.

22.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 см^3 помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 рабочего стандартного раствора, что должно соответствовать 5, 10, 20, 30, 40, 50 мкг двуокиси кремния. Далее анализ проводят, как указано в п. 20.3. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы двуокиси кремния строят градуировочный график.

22.5. Обработка результатов

22.5.1. Массовую концентрацию двуокиси кремния X, мкг/дм^3, вычисляют по формуле

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

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

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

22.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 34.

Таблица 34

Массовая концентрация двуокиси кремния, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация двуокиси кремния, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %
50	38,2	76	350	63,0	18
150	46,5	31	500	75,0	15
250	54,5	22	1000	137,5	14

23. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕГО АЗОТА

23.1. Сущность метода

Азотнокислые и азотистокислые соли, присутствующие в исследуемом растворе, восстанавливают в слабокислой среде водородом в момент выделения. Органические соединения разлагают серной кислотой в присутствии катализатора — сернокислой меди и сернокислого калия — и отгоняют аммиак из щелочного раствора. Ионы аммония при взаимодействии с реактивом Несслера образуют окрашенные в желто-коричневый цвет комплексные соединения (йодистый меркураммоний). Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре.

Метод применяют для определения массовой концентрации общего азота от 40 мкг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 5,0 мкг/дм^3.

23.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Установка для отгонки аммиака, состоящая из колбы Кьельдаля, холодильника и колбы-приемника.

Баня водяная.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 5, 25 и 50 см^3.

Шарики стеклянные.

Железо особой чистоты.

Калий сернокислый.

Медь сернокислая.

Смесь для минерализации; готовят следующим образом: 134 г сернокислого калия и 2 г сернокислой меди растворяют в 650 см^3 дистиллированной воды, добавляют 200 см^3 концентрированной серной кислоты, охлаждают до температуры 20—25 °С и доводят объем раствора до 1000 см^3 дистиллированной водой.

Кислота серная, разбавленная 1:3.

Кислота серная, стандарт-титр.

Кислота серная, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)$ 0,01 моль/дм^3; готовят разбавлением раствора, приготовленного из стандарт-титра.

Натрия гидроокись.

Натрий серноватистокислый.

Смесь для подщелачивания; готовят следующим образом: 500 г гидроокиси натрия и 25 г серноватистокислого натрия растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды.

Калий-натрий виннокислый, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм^3.

Реактив Несслера.

Фенолфталеин, индикатор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Основной стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 1 мг азота; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 5 мкг азота; готовят следующим образом: 5 см^3 основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

23.3. Проведение анализа

25—250 см^3 исследуемого раствора помещают в колбу Кьельдаля, добавляют 5 см^3 раствора серной кислоты, разбавленной 1:3, 0,5 г порошкообразного железа и стеклянные шарики для равномерного кипения. Смесь нагревают на водяной бане до растворения основной массы железа. После охлаждения до температуры 20—25 °С добавляют 50 см^3 смеси для минерализации и содержимое колбы кипятят до тех пор, пока раствор не станет прозрачным. Остаток в колбе разбавляют дистиллированной водой до 300 см^3, добавляют несколько капель раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором для подщелачивания до появления слабо-розовой окраски. Во избежание потерь аммиака колбу немедленно подсоединяют к перегонному аппарату и начинают отгонку. В колбу-приемник помещают 25 см^3 0,01 н. раствора серной кислоты и погружают в него конец холодильника. Затем отгоняют 200 см^3 жидкости, отсоединяют колбу-приемник, раствор нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до 6 pH, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Аликвотную часть раствора, содержащую 5—50 мкг азота, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют дистиллированной водой до 40 см^3, добавляют 0,5 см^3 калия-натрия виннокислого, 1 см^3 реактива Несслера, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (длина волны λ = 425 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду с добавлением всех реактивов. Массу азота в пробе находят по градуировочному графику.

23.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 1, 2, 4, 6, 8, 10 см^3 рабочего стандартного раствора, что соответствует 5, 10, 20, 30, 40, 50 мкг азота. Далее анализ проводят, как указано в п. 23.3. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы азота строят градуировочный график.

23.5. Обработка результатов

23.5.1. Массовую концентрацию общего азота X, мкг/дм^3, вычисляют по формуле

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

где m — масса общего азота, найденная по градуировочному графику, мкг;

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

23.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 35.

Таблица 35

Массовая концентрация общего азота, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация общего азота, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %
5	4,0	80,0	100	15,0	15,0
10	4,6	46,0	200	27,0	14,0
20	5,8	29,0	300	38,7	13,0
40	8,0	20,0	500 и более	—	13,0
60	10,3	18,0			

24. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММОНИЙНОГО АЗОТА

24.1. Сущность метода

Аммиак отгоняют из щелочного исследуемого раствора и поглощают титрованным раствором серной кислоты. Избыток серной кислоты, не вступивший в реакцию с аммиаком, определяют алкалиметрическим титрованием с индикатором — метиловым красным.

Метод применяют при определении массовой концентрации аммонийного азота от 40 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 2,0 мг/дм^3.

24.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппарат для отгонки аммиака, состоящий из колбы-реактора, холодильника и колбы-приемника.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Колбы мерные вместимостью 200, 250 и 1000 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 25 см^3.

Реактив Несслера.

Кислота серная, стандарт-титр.

Кислота серная, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)$ 0,1 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

Натрия гидроокись, стандарт-титр.

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

Натрия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3.

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

Фенолфталеин, индикатор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

24.3. Подготовка аппарата для отгонки аммиака

В колбу-приемник помещают 25 см^3 раствора серной кислоты. Конец холодильника погружают в раствор.

24.4. Проведение анализа

200—250 см^3 исследуемого раствора помещают в колбу-реактор, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и раствор гидроокиси натрия с массовой концентрацией 200 г/дм^3 до окрашива-

ния раствора в розовый цвет. Колбу-реактор подсоединяют к аппарату для отгонки и начинают нагревание. Отгоняют 90—100 см³ дистиллята, отсоединяют колбу-приемник, добавляют 2—3 капли индикатора — метилового красного и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски из красной в желтую.

24.5. Обработка результатов

24.5.1. Массовую концентрацию аммонийного азота X, мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(25 - V_1) \cdot 0{,}0014 \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование отогнанной пробы, см³;

0,0014 — масса азота, эквивалентная массе гидроокиси натрия в 1 см³ раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³, г;

V — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см³.

25 — объем раствора серной кислоты в колбе-приемнике, см³.

24.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 36.

Таблица 36

Массовая концентрация аммонийного азота, мг/дм³	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация аммонийного азота, мг/дм³	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм³	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм³	в относительных единицах, %
2,0	1,3	65	40,0	2,0	5
4,0	1,3	32	60,0	2,3	4
8,0	1,4	18	80,0	2,6	3
16,0	1,6	10	100,0	3,0	3
32,0	1,8	6	120,0 и более	—	3

25. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФЕНОЛОВ

25.1. Сущность метода

Летучие фенолы отгоняют с водяным паром и окисляют в щелочной среде надсернокислым аммонием. Продукты окисления при взаимодействии с 4-аминоантипирином дают красные антипириновые красители, которые экстрагируют хлороформом. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре.

Метод применяют при определении массовой концентрации фенолов от 5 мкг/дм³ и более.

Нижний предел обнаружения составляет 1 мкг/дм³.

25.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы технические.

Фотоэлектроколориметр.

Прибор для отгонки фенолов с водяным паром.

Воронки делительные вместимостью 500 см³.

Колбы мерные вместимостью 50 и 1000 см³.

Пипетки с делениями вместимостью 10 см³.

Стаканы химические вместимостью 100 см³.

Воронки стеклянные.

Фильтры ФОБ по ГОСТ 12026—76.

Аммиак водный.

Аммоний надсернокислый, раствор; готовят следующим образом: 50 г надсернокислого аммония растворяют в 200 см³ дистиллированной воды, нейтрализуют раствором аммиака до 6,0 pH и доводят объем до 250 см³ дистиллированной водой.

Аммоний хлористый.

Буферный раствор аммиачно-аммонийный; готовят следующим образом: 50 г хлористого аммония растворяют в 100—200 см³ дистиллированной воды, добавляют 400 см³ раствора аммиака и доводят объем до 1000 см³ дистиллированной водой.

Медь сернокислая, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.
Натрия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3.
4-аминоантипирин, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3.
Кислота серная, разбавленная 1:4.
Хлороформ.
Фенол.

Основной стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 1,0 мг фенолов; готовят следующим образом: 1,000 г свежеперегнанного фенола помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Рабочий стандартный раствор, 1 см^3 раствора должен содержать 10 мкг фенолов; готовят следующим образом: 10 см^3 основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

25.3. Проведение анализа

500 см^3 исследуемого раствора помещают в перегонную колбу, добавляют 5 см^3 раствора сернокислой меди и 5 см^3 серной кислоты. Затем отгоняют 400—450 см^3 конденсата в колбу-приемник, в которую предварительно помещают 15 см^3 раствора гидроокиси натрия. Отгон помещают в делительную воронку и добавляют растворы: 8 см^3 буферного, 4 см^3 4-аминоантипирина и 12 см^3 надсернокислого аммония. Через 5—10 мин фенолы экстрагируют тремя порциями хлороформа по 10 см^3, каждый раз раствор встряхивают в течение 1—2 мин. Экстракты сливают через фильтр в стакан, затем помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят объем раствора до метки хлороформом и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (длина волны $\lambda = 460$ нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют хлороформ. Массу фенолов в пробе находят по градуировочному графику.

25.4. Построение градуировочного графика

В делительные воронки помещают 500 см^3 дистиллированной воды и 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 см^3 рабочего стандартного раствора, что соответствует 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 мкг фенолов. Далее анализ проводят, как указано в п. 25.3. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы фенолов строят градуировочный график.

25.5. Обработка результатов

25.5.1. Массовую концентрацию фенолов X, мкг/дм^3, вычисляют по формуле

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

где m — масса фенолов в пробе, найденная по градуировочному графику, мкг;
V — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см^3.

25.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 37.

Таблица 37

Массовая концентрация фенолов, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация фенолов, мкг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мкг/дм^3	в относительных единицах, %
1	0,83	83	10	2,10	21
2	0,97	48	20	3,60	18
3	1,10	37	30	5,00	17
4	1,30	32	50	8,00	16
5	1,40	28	70 и более	—	15
7	1,70	24			

26. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ

26.1. Сущность метода

Нефтепродукты экстрагируют из исследуемого раствора хлороформом с последующей обработкой выделенной смеси полярных и неполярных углеводородов *н*-гексаном. Полярные соедине-

ния удаляют из смеси, пропуская экстракт через слой окиси алюминия, после чего элюент выпаривают на водяной бане, остаток высушивают и взвешивают.

Метод применяют при определении массовой концентрации нефтепродуктов от 2 мг/дм^3 и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,5 мг/дм^3.

26.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Баня водяная.

Колба мерная вместимостью 1000 см^3.

Воронка делительная вместимостью 1000 см^3.

Колонка хроматографическая — стеклянная трубка диаметром 1 см и длиной 10 см, нижний конец — капилляр диаметром 1 мм.

Колбы конические вместимостью 200 см^3.

Стакан химический вместимостью 50 см^3.

Воронки стеклянные.

Пипетки с делениями вместимостью 5 см^3.

Фильтры ФОБ по ГОСТ 12026—76.

Вата стеклянная.

Стаканчик для взвешивания.

Вентилятор комнатный.

Хлороформ.

н-Гексан.

Алюминия окись.

Кислота серная.

Натрий сернокислый безводный.

26.3. Подготовка к проведению анализа

В хроматографическую колонку помещают последовательно слой стеклянной ваты толщиной 1 см, слой окиси алюминия толщиной 2—3 см и слой стеклянной ваты 1 см.

26.4. Проведение анализа

1000 см^3 исследуемого раствора помещают в делительную воронку. Колбу, в которую была отобрана проба, споласкивают хлороформом, сливая его в ту же делительную воронку. Добавляют 2 см^3 серной кислоты, 15—20 см^3 хлороформа и встряхивают смесь в течение 1 мин. После отстаивания экстракт сливают в коническую колбу. Экстракцию хлороформом повторяют 2—3 раза, соединяя экстракты. К объединенной порции экстракта добавляют 5—10 г сернокислого натрия, через 25—30 мин фильтруют в сухую коническую колбу и на водяной бане отгоняют хлороформ до объема 15—20 см^3. Оставшийся раствор количественно переносят в сухой стакан и отгоняют остаток хлороформа комнатным вентилятором. В стакан добавляют 2—5 см^3 *н*-гексана и пропускают содержимое через хроматографическую колонку, сливая элюент в сухой предварительно взвешенный стаканчик для взвешивания. Колонку промывают 2—3 порциями по 2—5 см^3 *н*-гексана, сливая их в тот же стаканчик для взвешивания. Уровень жидкости в колонке до прибавления последней порции *н*-гексана не должен опускаться ниже верхней границы слоя окиси алюминия. Из полученного раствора отгоняют с помощью комнатного вентилятора *н*-гексан, стаканчик для взвешивания взвешивают.

26.5. Обработка результатов

26.5.1. Массовую концентрацию нефтепродуктов X, мг/дм^3 вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000 \cdot 1000}{V},$$

где m_1 — масса стаканчика для взвешивания с нефтепродуктами, г;

m_2 — масса пустого стаканчика для взвешивания, г;

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

26.5.2. Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 38.

Таблица 38

Массовая концентрация нефтепродуктов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация нефтепродуктов, мг/дм^3	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм^3	в относительных единицах, %
0,5	0,41	81	5,0	0,77	16
1,0	0,45	42	10,0	1,18	12
2,1	0,54	26	20,0	2,00	10

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ИМИТИРУЮЩИЕ РАСТВОРЫ ПРИ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОМ ОПРЕДЕЛЕНИИ КАЛЬЦИЯ, НАТРИЯ И КАЛИЯ

При определении кальция с использованием кальцийселективного электрода марки ЭМ-Са-01 применение метода ограничено присутствием в исследуемом растворе избытка магния, натрия, калия, аммонийного азота по отношению к массовой концентрации кальция не более чем 3:1*, 200:1, 300:1, 100:1 соответственно.

При определении натрия с использованием натрийселективного электрода марки ЭСЛ-51Г-04 применение метода ограничено присутствием в исследуемом растворе избытка калия, магния, кальция по отношению к массовой концентрации натрия не более чем 3:1, 100:1, 200:1 соответственно.

При определении калия с использованием калийселективного электрода марки ЭМ-К-01 применение метода ограничено присутствием в исследуемом растворе избытка аммонийного азота, натрия, магния, кальция по отношению массовой концентрации кальция не более чем 7:1, 600:1, 600:1, 1000:1.

Указанные ограничения следует учитывать при определении солевого состава имитирующих растворов и минимальных концентраций растворов, используемых для построения градуировочного графика.

1. Характеристика имитирующих растворов

Массовая концентрация сухого остатка, г/дм^3	Масса соли для приготовления 1 дм^3 имитирующего раствора, г		Минимальная массовая концентрация растворов, используемых для построения градуировочных графиков, мг/дм^3		
	хлористого натрия	6-водного хлористого магния	кальция	натрия	калия
1	1,3	1,5	15	200	4
5	6,5	7,5	15	200	4
10	13,0	15,0	25	200	8
15	19,5	22,5	37	270	12
20	26,0	30,0	50	360	17
30	39,0	45,0	75	540	25
40	52,0	60,0	100	720	33
50	65,0	75,0	120	900	40

2. Построение градуировочных графиков на фоне имитирующих растворов

2.1. Определение кальция

2.1.1. Диапазон массовых концентраций кальция 15—100 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 1,5; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0 см^3 стандартного раствора (см. п. 11.3.1), доводят объемы до метки имитирующим раствором соответствующей массовой концентрацией

* При массовой концентрации магния в исследуемом растворе более 50 мг/дм^3 раствор следует разбавить, учитывая это при выборе имитирующего раствора.

хлористого натрия (см. таблицу настоящего приложения) и перемешивают. Растворы в порядке возрастания массовой концентрации кальция помещают в измерительную ячейку, погружают электроды и термокомпенсатор и через 2 мин измеряют ЭДС по шкале прибора. По найденным значениям ЭДС и соответствующим им значениям массовой концентрации кальция строят градуировочный график. Проверку градуировочного графика проводят не реже одного раза в смену перед проведением анализа.

2.1.2. Диапазон массовых концентраций кальция 25—200 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0; 20,0 см^3 стандартного раствора кальция и далее поступают, как указано в п. 2.1.1 настоящего приложения.

2.1.3. Диапазон массовых концентраций кальция 100—500 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 10, 15, 20, 30, 40, 50 см^3 стандартного раствора кальция и далее поступают, как указано в п. 2.1.1 настоящего приложения.

2.2. Определение натрия

2.2.1. Диапазон массовых концентраций натрия 200—1000 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,3; 1,6; 2,0 см^3 стандартного раствора (см. п. 17.2.2), доводят объем до метки имитирующим раствором хлористого магния соответствующей массовой концентрации (см. таблицу настоящего приложения) и далее поступают, как указано в п. 2.1.1 настоящего приложения.

2.2.2. Диапазон массовых концентраций натрия 500—3000 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 1, 2, 3, 4, 5, 6 см^3 стандартного раствора (см. п. 17.2.2) и далее поступают, как указано в п. 2.1.1 настоящего приложения.

2.2.3. Диапазон массовых концентраций натрия 1000—7000 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 см^3 стандартного раствора (см. п. 17.2.2) и далее поступают, как указано в п. 2.1.1 настоящего приложения.

2.3. Определение калия

2.3.1. Диапазон массовых концентраций калия 4—20 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,3; 1,6; 2,0 см^3 стандартного раствора (см. п. 11.2.1.2) и далее поступают, как указано в п. 2.1.1 настоящего приложения.

2.3.2. Диапазон массовых концентраций калия 10—70 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 см^3 стандартного раствора (см. п. 11.2.2) и далее поступают, как указано в п. 2.1.1 настоящего приложения.

2.3.3 Диапазон массовых концентраций калия 20—200 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 2, 4, 6, 8, 10, 13, 16, 20 см^3 стандартного раствора (см. п. 11.2.2) и далее поступают, как указано в п. 2.1.1 настоящего приложения.

gost.e-ecolog.ru