Группа Л09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УСТАНОВКИ ДИСТИЛЛЯЦИОННЫЕ ОПРЕСНИТЕЛЬНЫЕ СТАЦИОНАРНЫЕ

Методы химического анализа накипи и шламов

ГОСТ 26449.4—85

Stationary distillation desalting units. Methods of chemical analysis of scale and slurries

МКС 13.060.50; 71.040.40
ОКСТУ 3614

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

01.01.87

Настоящий стандарт устанавливает методы химического анализа накипи и шламов на контролируемые компоненты.

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

1. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОТЕРИ МАССЫ ПРИ ПРОКАЛИВАНИИ

1.1. Сущность метода

Навеску накипи прокаливают при температуре 900—950 °С и определяют потерю массы при прокаливании взвешиванием.

Метод применяют при определении массовой доли потери массы при прокаливании от 0,2 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,1 %.

1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Печь муфельная.

Тигли фарфоровые.

Эксикатор.

1.3. Проведение анализа

Навеску накипи массой 0,5—1,0 г помещают в прокаленный и взвешенный тигель. Тигель с навеской накипи помещают в муфельную печь, доводят температуру в печи до 900—950 °С и прокаливают в течение 2—3 ч, затем охлаждают в эксикаторе до температуры окружающего воздуха и взвешивают. Последовательные операции прокаливания, охлаждения и взвешивания повторяют до достижения постоянной массы тигля с остатком. Продолжительность каждого из повторных прокаливаний не менее 1 ч.

1.4. Обработка результатов

1.4.1. Массовую долю потери массы при прокаливании X в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса тигля с навеской накипи до прокаливания, г;

m_2 — масса тигля с остатком накипи после прокаливания, г;

m — масса накипи, взятая для анализа, г.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Переиздание.

gost.e-ecolog.ru

1.4.2. При массе пробы 500 мг допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля потери массы при прокаливании, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля потери массы при прокаливании, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,1	0,07	73	1,6	0,08	5
0,2	0,07	37	2,0	0,08	4
0,4	0,07	18	3,0	0,09	3
0,8	0,07	9	6,0	0,12	2
1,2	0,07	6	10,0 и более	—	1

Примечание к табл. 1—13. При необходимости увеличения или уменьшения массы пробы значения массовой доли определяемых компонентов и допускаемые расхождения в абсолютных единицах следует соответственно уменьшить или увеличить в число раз, кратное увеличению или уменьшению массы пробы.

2. МЕТОДЫ РАЗЛОЖЕНИЯ ПРОКАЛЕННОГО ОСТАТКА НАКИПИ

2.1. Растворение в соляной кислоте

2.1.1. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 1.2 и перечисленные ниже

Плитка электрическая.

Стаканы химические вместимостью 150—200 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 500 $см^3$.

Палочки стеклянные длиной 100—120 мм.

Стекла часовые.

Мензурка вместимостью 50 $см^3$.

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

2.1.2. Навеску накипи прокаливают в фарфоровом тигле и определяют потерю массы при прокаливании, как указано в разд. 1. Тигель с прокаленным остатком помещают в стакан, добавляют 40—50 $см^3$ раствора соляной кислоты и, нагревая, освобождают тигель с помощью стеклянной палочки от прокаленного остатка, после чего тигель и стеклянную палочку извлекают и ополаскивают над стаканом дистиллированной водой. Стакан накрывают часовым стеклом и кипятят раствор до полного растворения прокаленного остатка.

2.2. Сплавление с гидроокисью натрия

2.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 1.2 и перечисленные ниже

Весы технические.

Плитка электрическая.

Тигли серебряные.

Стаканы химические вместимостью 150—200 $см^3$.

Палочки стеклянные длиной 100—120 мм.

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

Натрия гидроокись.

2.2.2. В серебряный тигель помещают 1,5—2,0 г гидроокиси натрия и выдерживают в муфельной печи при температуре 400—600 °С в течение 30—40 мин, после чего тигель извлекают из муфельной печи и охлаждают до температуры 20—30 °С. Навеску накипи прокаливают в фарфоровом тигле и определяют потерю массы при прокаливании, как указано в разд. 1. Прокаленный остаток переносят в серебряный тигель с гидроокисью натрия, после чего взвешивают фарфоровый тигель. Массу прокаленного остатка в серебряном тигле определяют как разность масс фарфорового тигля с прокаленным остатком и без него. Серебряный тигель выдерживают в муфельной печи при температуре 400—600 °С в течение 30—40 мин. Тигель извлекают из муфельной печи, охлаждают до температуры 40—60 °С и помещают в стакан. Далее растворяют содержимое тигля, как указано в п. 2.1.2.

2.3. Сплавление с углекислым натрием

2.3.1. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 1.2 и перечисленные ниже

Весы технические.

Тигли платиновые.

Стаканы химические вместимостью 150—200 $см^3$.

Палочки стеклянные длиной 100—120 мм.

Мензурка вместимостью 50 $см^3$.

Натрий углекислый.

Кислота соляная.

2.3.2. Навеску накипи прокаливают в фарфоровом тигле и определяют потерю массы при прокаливании, как указано в разд. 1. В платиновый тигель помещают 2,5—5,0 г углекислого натрия и прокаленный остаток из фарфорового тигля. Массу прокаленного остатка в платиновом тигле определяют как разность масс фарфорового тигля с прокаленным остатком и без него.

Содержимое тигля перемешивают стеклянной палочкой, после чего тигель помещают в муфельную печь и выдерживают при температуре 900—950 °С в течение 3—4 ч. Тигель извлекают из муфельной печи, охлаждают до температуры 40—60 °С и помещают в стакан. Далее растворяют содержимое тигля, как указано в п. 2.1.2.

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

3.1. Сущность метода

Кремниевую кислоту выделяют из солянокислого раствора выпариванием с последующим фильтрованием и прокаливанием. Двуокись кремния определяют по разнице массы прокаленного осадка до и после обработки его фтористоводородной кислотой.

Метод применяют при определении массовой доли двуокиси кремния от 0,2 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,1 %.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная.

Баня водяная.

Тигли платиновые.

Чашки фарфоровые вместимостью 100 $см^3$.

Палочки стеклянные длиной 50—60 мм.

Воронки стеклянные.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Пипетки с делениями вместимостью 10 $см^3$.

Пипетки без делений вместимостью 15, 20, 25 и 50 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 500 $см^3$.

Колбы конические вместимостью 250 $см^3$.

Кислота соляная.

Кислота соляная, разбавленная 1:100.

Кислота серная.

Кислота фтористоводородная.

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

3.3. Проведение анализа

Раствор после разложения накипи, как указано в разд. 2, помещают в фарфоровую чашку, выпаривают на водяной бане досуха, добавляют 10—15 $см^3$ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Добавление соляной кислоты и выпаривание раствора досуха повторяют еще раз, после чего добавляют 10 $см^3$ соляной кислоты и 50 $см^3$ горячей дистиллированной воды. Раствор нагревают до температуры 70—80 °С, выпавший осадок кремниевой кислоты отфильтровывают, промывают разбавленным раствором соляной кислоты, а затем горячей дистиллированной водой до исчезновения кислой реакции фильтрата (проба с метиловым оранжевым). Фильтрат вместе с промывными водами собирают в мерную колбу, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Фильтр с осадком помещают в тигель и выдерживают в муфельной печи при температуре 900—1000 °С в течение 1,5—2,0 ч, после чего охлаждают в эксикаторе до температуры окружающего воздуха и взвешивают. Последовательные операции прокаливания, охлаждения и взвешивания по-

вторяют до достижения постоянной массы тигля с осадком. В тигель добавляют 3—4 капли дистиллированной воды, 3—4 капли серной кислоты, 5—6 см^3 фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Тигель с остатком прокаливают в муфельной печи при температуре 900—1000 °С в течение 10 мин, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающего воздуха и взвешивают. Последовательно операции прокаливания, охлаждения и взвешивания повторяют до достижения постоянной массы тигля с остатком.

Раствор в мерной колбе является исходным для определения кальция, магния, железа, алюминия, меди, сульфатов и фосфора.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю двуокиси кремния X в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса тигля с осадком до обработки фтористоводородной кислотой, г;

m_2 — масса тигля с остатком после обработки фтористоводородной кислотой, г;

m — масса накипи, взятая для анализа, г.

3.4.2. При массе пробы 500 мг допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,1	0,07	73	0,5	0,07	14
0,2	0,07	37	0,6	0,07	12
0,3	0,07	23	0,7	0,07	10
0,4	0,07	18			

4. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ

4.1. Комплексонометрический метод

4.1.1. Сущность метода

Кальций титруют в щелочной среде (pH 12) раствором трилона Б с индикатором-мурексидом. Влияние железа, алюминия, меди, карбонатов и гидрокарбонатов устраняют, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 10. В присутствии фосфора применяют перманганатометрический метод по п. 4.2.

Метод применяют при определении массовой доли кальция от 0,50 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,25 %.

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

4.1.3. Проведение анализа

Объем исходного раствора из мерной колбы после отделения кремниевой кислоты (см. п. 3.3), содержащий 2—20 мг кальция, помещают в коническую колбу, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия до pH 7, добавляют 90—100 см^3 дистиллированной воды и далее проводят анализ, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 11.

4.1.4. Обработка результатов

4.1.4.1. Массовую долю кальция X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}0010 \cdot 100}{m},$$

где V — 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;

m — масса накипи, взятая для анализа, г.

4.1.4.2. При массе пробы 100 мг в аликвотной части раствора допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля кальция, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля кальция, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,25	0,16	65	5,00	0,25	5
0,50	0,17	34	10,00	0,30	3
1,00	0,18	18	20,00 и более	—	3
2,00	0,20	10			

4.2. Перманганатометрический метод

4.2.1. Сущность метода

Кальций осаждают щавелевой кислотой в виде щавелевокислого кальция, растворяют в серной кислоте и титруют выделившуюся свободную щавелевую кислоту раствором марганцовокислого калия.

Метод применяют при определении массовой доли кальция от 0,60 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,25 %.

4.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы технические.

Плитка электрическая.

Стаканы химические вместимостью 400 $см^3$.

Пипетки с делениями вместимостью 10 $см^3$.

Пипетки без делений вместимостью 10 и 20 $см^3$.

Бюретка вместимостью 25 $см^3$.

Мензурки вместимостью 50 и 250 $см^3$.

Воронки стеклянные.

Колбы конические вместимостью 250 $см^3$.

Фильтры ФОМ по ГОСТ 12026—76.

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

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

Аммиак, разбавленный 1:1.

Аммоний щавелевокислый, раствор с массовой концентрацией 1 г/$дм^3$.

Кислота щавелевая, раствор с массовой концентрацией 100 г/$дм^3$.

Кислота серная, разбавленная 1:10.

Кислота соляная, разбавленная 1:3.

Кислота уксусная, разбавленная 1:9.

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

4.2.3. Проведение анализа

Объем исходного раствора из мерной колбы после отделения кремниевой кислоты (см. п. 3.3), содержащий 2—40 мг кальция, помещают в стакан, добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды, 10 $см^3$ раствора хлористого аммония, 20 $см^3$ раствора щавелевой кислоты и 10 $см^3$ раствора уксусной кислоты. Раствор разбавляют дистиллированной водой до 250—300 $см^3$, нагревают до кипения, добавляют 5—8 капель раствора метилового оранжевого и по каплям — раствор аммиака до перехода окраски раствора из красной в желтую. Раствор кипятят в течение 5 мин и выдерживают в течение 2 ч при температуре 30—40 °С, затем осадок отфильтровывают и промывают 2—3 раза горячим раствором щавелевокислого аммония. Осадок щавелевокислого кальция растворяют на фильтре 20 $см^3$ горячего раствора соляной кислоты, фильтр промывают горячей дистиллированной водой, собирая раствор и промывные воды в стакан, в котором проводилось осаждение, добавляют 3—5 $см^3$ раствора щавелевой кислоты и нейтрализуют раствором аммиака, как указано выше. Ра-

створ нагревают до кипения и выдерживают в течение 2 ч при температуре 30—40 °С. Осадок отфильтровывают, промывают горячей дистиллированной водой, растворяют в горячем растворе серной кислоты. Раствор охлаждают до температуры 20—25 °С и титруют раствором марганцовокислого калия до появления слаборозовой окраски.

Фильтрат является исходным раствором для определения магния гравиметрическим методом.

4.2.4. Обработка результатов

4.2.4.1. Массовую долю кальция X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}0020 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см^3;

0,0020 — масса кальция, эквивалентная массе марганцовокислого калия в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3, г;

m — масса навески, взятая для анализа, г.

4.2.4.2. При массе пробы 100 мг в аликвотной части раствора допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля кальция, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля кальция, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,25	0,19	75	3,00	0,24	8
0,40	0,19	47	4,00	0,24	6
0,60	0,19	32	5,00	0,25	5
0,80	0,19	24	7,00	0,35	5
1,00	0,20	20	10,00	0,40	4
1,50	0,21	14	15,00 и более	—	3
2,00	0,22	11			

5. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ

5.1. Комплексонометрический метод

5.1.1. Сущность метода

Кальций и магний титруют раствором трилона Б в присутствии аммонийно-аммиачного буферного раствора (pH 9—10) с индикатором — хромогеном черным. При обработке результатов учитывают объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция. Влияние железа, алюминия, меди, карбонатов и гидрокарбонатов устраняют, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 10 (в присутствии фосфора применяют гравиметрический метод по п. 5.2).

Метод применяют при определении массовой доли магния от 0,4 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,2 %.

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

5.1.3. Проведение анализа

Исходный раствор из мерной колбы после отделения кремниевой кислоты (см. п. 3.3) в объеме, равном объему раствора для определения кальция по п. 4.1.3, помещают в коническую колбу, нейтрализуют раствором аммиака до pH 7, добавляют 90—100 см^3 дистиллированной воды. Далее проводят анализ, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 10.

5.1.4. Обработка результатов

5.1.4.1. Массовую долю магния X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V) \cdot 0{,}0006 \cdot 100}{m},$$

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

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция в соответствии с п. 4.1.4.1, $см^3$;

0,0006 — масса магния, эквивалентная массе трилона Б в 1 $см^3$ раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/$дм^3$, г;

m — масса накипи, взятая для анализа, г.

5.1.4.2. При массе пробы 100 мг в аликвотной части раствора допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля магния, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля магния, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,1	0,14	70	2,0	0,16	8
0,4	0,14	35	5,0	0,25	5
0,5	0,14	28	10,0 и более	—	3
1,0	0,14	14			

5.2. Гравиметрический метод

5.2.1. Сущность метода

Магний осаждают фосфорнокислым аммонием в виде магнийаммония фосфорнокислого. Осадок отфильтровывают, прокаливают и взвешивают.

Метод применяют при определении массовой доли магния от 0,2 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,1 %.

5.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная.

Плитка электрическая.

Тигли фарфоровые.

Фильтры ФОМ по ГОСТ 12026—76.

Воронки стеклянные.

Колбы конические вместимостью 250 $см^3$.

Стаканы химические вместимостью 400 $см^3$.

Пипетки с делениями вместимостью 5 $см^3$.

Пипетки без делений вместимостью 15 $см^3$.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный, раствор с массовой концентрацией 100 г/$дм^3$.

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

Аммиак, разбавленный 1:2,5 и 1:10.

Серебро азотнокислое, раствор с массовой концентрацией 10 г/$дм^3$.

5.2.3. Проведение анализа

Исходный раствор после отделения кальция (см. п. 4.2.3) помещают в стакан, упаривают до объема 100—200 $см^3$, добавляют 2—3 $см^3$ раствора соляной кислоты и 15 $см^3$ раствора фосфорнокислого аммония. Раствор нагревают до температуры 70—80 °С и при перемешивании добавляют аммиак, разбавленный 1:2,5, до выпадения осадка, затем добавляют избыток раствора аммиака (20 $см^3$ на 100 $см^3$ раствора). Раствор перемешивают и выдерживают в течение 12—14 ч. Осадок отфильтровывают, промывают 3—4 раза аммиаком, разбавленным 1:10, растворяют в горячей соляной кислоте, фильтр промывают горячей дистиллированной водой, собирая раствор и промывные воды в стакан, в котором проводилось осаждение, добавляют 15 $см^3$ раствора фосфорнокислого аммония и раствор аммиака, как указано выше. Раствор перемешивают и выдерживают в течение 3—4 ч. Осадок отфильтровывают, промывают аммиаком, разбавленным 1:10, до исчезновения реакции на хлорион (проба с раствором азотнокислого серебра). Осадок с фильтром помещают в прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи при температуре 900—1000 °С в течение 20—30 мин.

Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе до температуры окружающего воздуха и взвешивают. Последовательные операции прокаливания, охлаждения и взвешивания повторяют до достижения постоянной массы тигля с осадком.

5.2.4. Обработка результатов

5.2.4.1. Массовую долю магния X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}2184 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса тигля без осадка, г;

0,2184 — коэффициент для пересчета массы пирофосфорнокислого магния на массу магния;

m — масса накипи, взятая для анализа, г.

5.2.4.2. При массе пробы 100 мг в аликвотной части раствора допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 6.

Таблица 6

Массовая доля магния, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля магния, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,1	0,08	75	1,0	0,09	9
0,2	0,08	38	1,5	0,10	7
0,3	0,08	27	2,0	0,12	6
0,5	0,08	16	3,0	0,12	4
0,7	0,08	12	5,0 и более	—	3

6. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ

6.1. Сущность метода

Ионы двух- и трехвалетного железа образуют с сульфосалицилатионами комплексное соединение, раствор которого в щелочной среде окрашен в желтый цвет. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре.

Метод применяют при определении массовой доли железа от 0,010 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,004 %.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 16.

6.3. Проведение анализа

Объем исходного раствора из мерной колбы после отделения кремниевой кислоты (см. п. 3.3), содержащий 10—100 мкг железа, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Далее проводят анализ, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 16.

6.4. Построение градуировочного графика, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 16.

6.5. Обработка результатов

6.5.1. Массовую долю железа X в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса железа в пробе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса накипи, взятая для анализа, мкг.

6.5.2. При массе пробы 100 мг в аликвотной части раствора допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 7.

Таблица 7

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,004	0,003	75	0,050	0,007	14
0,010	0,003	30	0,070	0,008	11
0,020	0,004	20	0,100 и более	—	11
0,030	0,005	17			

7. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АЛЮМИНОНА

7.1. Сущность метода

Алюминий образует с алюминоном в уксуснокислой среде при pH 4,5—4,6 комплексное соединение красного цвета. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре. Влияние железа устраняют добавлением аскорбиновой кислоты, влияние меди — добавлением тиомочевины.

Метод применяют при определении массовой доли алюминия от 0,015 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,006 %.

7.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 $см^3$.

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

Пипетки без делений вместимостью 20 $см^3$.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Воронки стеклянные.

Мензурка вместимостью 500 $см^3$.

Раствор буферный (pH 4,5—4,6); готовят следующим образом: 115 г уксуснокислого натрия растворяют в 600 $см^3$ дистиллированной воды, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 75 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают; pH раствора проверяют на pH-метре.

Алюминон, раствор с массовой концентрацией 1 $г/дм^3$.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 20 $г/дм^3$.

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

Рабочий стандартный раствор; 1 $см^3$ раствора содержит 10 мкг алюминия; готовят разделением основного стандартного раствора.

7.3. Проведение анализа

Объем исходного раствора из мерной колбы после отделения кремниевой кислоты (см. п. 3.3), содержащий 10—70 мкг алюминия, помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 1—2 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, через 5—10 мин добавляют 20 $см^3$ буферного раствора, 2 $см^3$ раствора алюминона, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 1 ч измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (длина волны $\lambda = 540$ нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. Массу алюминия в пробе находят по градуировочному графику.

7.4. 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 должно соответствовать 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 мкг алюминия. Далее анализ проводят, как указано в п. 7.3. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы алюминия строят градуировочный график.

7.5. Обработка результатов

7.5.1. Массовую долю алюминия X в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса алюминия в пробе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса накипи, взятая для анализа, мкг.

7.5.2. При массе пробы 100 мг в аликвотной части раствора допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 8.

Таблица 8

Массовая доля алюминия, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля алюминия, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,006	0,005	79	0,040	0,006	15
0,010	0,005	50	0,050	0,007	13
0,015	0,005	30	0,060	0,007	12
0,020	0,005	25	0,070	0,008	11
0,030	0,005	17	0,080 и более	—	10

8. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

8.1. Сущность метода

Медь образует с диэтилдитиокарбаматом натрия прочное окрашенное в желто-коричневый цвет соединение, которое экстрагируют хлороформом. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре. Влияние никеля, марганца и железа устраняют добавлением растворов трилона Б и лимоннокислого аммония.

Метод применяют при определении массовой доли меди от 0,05 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,02 %.

8.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 19.

8.3. Проведение анализа

Объем исходного раствора из мерной колбы после отделения кремниевой кислоты (см. п. 3.3), 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, 10 см^3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 10 см^3 хлороформа. Содержимое воронки встряхивают в течение 2 мин. После отстаивания слой хлороформа сливают через фильтр в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Экстракцию проводят два раза. Объем экстрактов доводят хлороформом до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (длина волны λ = 430 нм) в кювете с крышкой, толщина поглощающего свет слоя — 20 мм. В качестве раствора сравнения используют хлороформ. Массу меди в пробе находят по градуировочному графику.

8.4. Построение градуировочного графика

В делительные воронки помещают 1, 2, 3, 4, 7, 10, 15, 20 см^3 рабочего стандартного раствора, что должно соответствовать 5, 10, 15, 20, 35, 50, 75, 100 мкг меди и далее проводят анализ, как указано в п. 8.3. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы меди строят градуировочный график.

8.5. Обработка результатов

8.5.1. Массовую долю меди X в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса меди в пробе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса накипи, взятая для анализа, мкг.

8.5.2. При массе пробы 100 мг в аликвотной части раствора допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 9.

Таблица 9

Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,02	0,015	75	0,20	0,030	15
0,04	0,017	42	0,30	0,040	13
0,05	0,018	36	0,50	0,055	11
0,07	0,020	28	0,70 и более	—	10
0,10	0,025	25			

9. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФАТОВ

9.1. Сущность метода — по ГОСТ 26449.1—85.

Метод применяют при определении массовой доли сульфатов от 0,4 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,2 %.

9.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по ГОСТ 26449.1—85, разд. 13.

9.3. Проведение анализа

Объем исходного раствора из мерной колбы после отделения кремниевой кислоты (см. п. 3.3), содержащий 5—250 мг сульфатов, помещают в стакан. Далее проводят анализ, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 13.

9.4. Обработка результатов

9.4.1. Массовую долю сульфатов X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}4115 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса тигля без осадка, г;

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

m — масса накипи, взятая для анализа, г.

9.4.2. При массе пробы 100 мг в аликвотной части раствора допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 10.

Таблица 10

Массовая доля сульфатов, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля сульфатов, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,2	0,15	75	2,0	0,18	9
0,3	0,15	50	4,0	0,24	6
0,4	0,15	38	8,0	0,32	4
0,5	0,16	31	12,0	0,36	3
0,7	0,16	23	16,0	0,48	3
1,0	0,17	17	20,0	0,60	3
1,5	0,18	12			

10. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВОССТАНОВИТЕЛЯ—ТИОМОЧЕВИНЫ

10.1. Сущность метода

С молибденовокислым аммонием фосфаты образуют гетерополикислоту, восстанавливаемую тиомочевиной в присутствии ионов меди до фосфорномолибденового комплекса, раствор которого окрашен в синий цвет. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре.

Метод применяют при определении массовой доли фосфора от 0,02 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,01 %.

10.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 5 и 10 см^3.

Мензурка вместимостью 50 и 1000 см^3.

Воронки лабораторные диаметром 50—100 мм.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Аммиак водный, разбавленный 1:1.

Квасцы железоаммонийные, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3; готовят следующим образом: 10 г железоаммонийных квасцов растворяют в 40 см^3 горячей дистиллированной воды, добавляют 5 см^3 соляной кислоты, фильтруют и доводят объем раствора до 100 см^3.

Кислота соляная, раствор плотностью 1,105 г/см^3; готовят следующим образом: 517,8 см^3 соляной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Медь сернокислая, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3.

Тиомочевина, раствор с массовой концентрацией 80 г/дм^3.

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

Смесь для восстановления; готовят следующим образом: к 700 см^3 раствора тиомочевины добавляют 150 см^3 раствора сернокислой меди. Смесь выдерживают в течение 24 ч и фильтруют.

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

Рабочий стандартный раствор, 1 см^3 раствора содержит 10,0 мкг фосфора; готовят разделением основного стандартного раствора.

10.3. Проведение анализа

Объем исходного раствора из мерной колбы после отделения кремниевой кислоты (см. п. 3.3), содержащий 20—100 мкг фосфора, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 2 см^3 раствора железоаммонийных квасцов и нейтрализуют раствором аммиака до выпадения гидроокиси железа, которую растворяют в соляной кислоте, добавляя ее по каплям. К полученному раствору добавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты и 10 см^3 смеси для восстановления. Через 2—3 мин в раствор вводят 10 см^3 раствора 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. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду с добавлением всех реактивов. Массу фосфора в пробе находят по градуировочному графику.

10.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 2, 4, 6, 8, 10 см^3 рабочего стандартного раствора, что должно соответствовать 20, 40, 60, 80, 100 мкг фосфора и далее анализ проводят, как указано в п. 10.3.

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

10.5. Обработка результатов

10.5.1. Массовую концентрацию фосфора X в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса фосфора в пробе, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески, взятая для анализа, мкг.

10.5.2. При массе пробы 100 мг в аликвотной части раствора допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 11.

Таблица 11

Массовая доля фосфора, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля фосфора, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,010	0,008	80	0,060	0,011	19
0,015	0,008	55	0,070	0,012	18
0,020	0,008	40	0,080	0,013	17
0,030	0,009	30	0,100	0,014	14
0,040	0,010	25	0,200 и более	—	11
0,050	0,011	21			

11. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРБОНАТОВ

11.1. Метод с отгонкой двуокиси углерода

11.1.1. Сущность метода

Навеску накипи разлагают соляной кислотой, выделившуюся двуокись углерода поглощают раствором гидроокиси бария, избыток которого оттитровывают раствором щавелевой кислоты с индикатором — фенолфталеином.

Метод применяют при определении массовой доли карбонатов от 1,00 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,45 %.

11.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Плитка электрическая.

Установка для отгонки двуокиси углерода, состоящая из колбы-реактора, холодильника, капельной воронки, четырех склянок Дрекселя и аспиратора.

Бутыли вместимостью 3—5 дм^3 с пробками.

Колбы мерные вместимостью 1000 см^3.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Бария гидроокись, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}Ba(OH)_2\right)$ 0,1 моль/дм^3; готовят следующим образом: 23 г гидроокиси бария помещают в бутыль, растворяют в 2,5 дм^3 дистиллированной воды, бутыль закрывают пробкой и дают раствору отстояться. При помощи сифона раствора переливают в другую бутыль, закрывают пробкой, через которую проходят две трубки: одна — длинная, соединяющая бутыль с бюреткой, другая — короткая, соединяющая бутыль со склянкой, содержащей раствор гидроокиси натрия для поглощения двуокиси углерода из воздуха.

Кислота щавелевая, стандарт-титр.

Кислота щавелевая, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O\right)$ 0,1 моль/дм^3; готовят из стандарт-титра.

Натрия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм^3.

Кислота соляная, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3; готовят следующим образом: 113 см^3 соляной кислоты помещают в мерную колбу, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Фенолфталеин, индикатор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

11.1.3. Определение поправочного коэффициента к раствору гидроокиси бария

В коническую колбу пермещают 10 см^3 раствора гидроокиси бария, добавляют 90—100 см^3 дистиллированной воды, 3—5 капель фенолфталеина и титруют раствором щавелевой кислоты до исчезновения розовой окраски.

Поправочный коэффициент K вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора щавелевой кислоты, израсходованный на титрование, см^3.

11.1.4. Проведение анализа

Массу накипи, содержащую 5—15 мг двуокиси углерода, помещают в колбу-реактор. В склянки Дрекселя наливают по 25 см^3 раствора гидроокиси бария. Колбу соединяют с холодильником, вставляют в него капельную воронку, через которую вводят 40 см^3 раствора соляной кислоты в колбу-реактор. Кран у последней склянки должен быть открыт. Закрывают кран капельной воронки и содержимое колбы кипятят в течение 10—15 мин. После чего включают аспиратор, открыв кран капельной воронки, соединенной со склянками, наполненными раствором гидроокиси натрия. В течение 30 мин воздух равномерно пропускают через систему склянок со скоростью 1—2 пузырька в секунду. В последней склянке раствор гидроокиси бария должен оставаться прозрачным. Отключают первую склянку, обмывают внутреннюю поверхность трубки дистиллированной водой, добавляют 3—5 капель раствора фенолфталеина, закрывают склянку пробкой с отверстием, в которое пропускают конец бюретки с раствором щавелевой кислоты и оттитровывают не вступившую в реакцию гидроокись бария. Таким же образом титруют растворы в других склянках.

11.1.5. Обработка результатов

11.1.5.1. Массовую долю карбонатов X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 \cdot K - V_2) \cdot 0{,}0030 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси бария, добавленный во все склянки, см^3;

K — поправочный коэффициент к раствору гидроокиси бария;

V_2 — суммарный объем раствора щавелевой кислоты, израсходованный на титрование, см^3;

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

m — масса накипи, взятая для анализа, г.

11.1.5.2. При массе навески накипи 100 мг допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 12.

Таблица 12

Массовая доля карбонатов, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля карбонатов, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,45	0,33	74	5,00	0,40	8
0,50	0,33	67	7,50	0,49	7
1,00	0,35	35	10,00	0,55	6
1,50	0,36	24	15,00	0,60	4
2,00	0,37	19	20,00	0,72	4
2,50	0,38	15	25,00 и более	—	3
3,50	0,39	11			

11.2. Метод без отгонки двуокиси углерода

11.2.1. Сущность метода

Навеску накипи растворяют в растворе соляной кислоты и затем оттитровывают избыток кислоты раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора — метилового красного.

В присутствии фосфора, железа и меди применяют метод с отгонкой двуокиси углерода (п. 11.1).

Метод применяют при определении массовой доли двуокиси углерода от 0,60 % и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,25 %.

11.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 250 см^3 с пробками, со вставленными в них стеклянными трубками диаметром 3—5 мм, длиной 250 мм.

Бюретка вместимостью 25 см^3.

Натрия гидроокись, стандарт-титр.

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

Кислота соляная, стандарт-титр.

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

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

11.2.3. Проведение анализа

Массу накипи, содержащую 5—15 мг двуокиси углерода, помещают в коническую колбу, добавляют 3—4 капли дистиллированной воды, 25 см^3 раствора соляной кислоты, закрывают колбу пробкой и доводят раствор до кипения. Затем охлаждают до температуры 20—25 °С, добавляют 2—3 капли раствора метилового красного и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски раствора из красной в желтую.

11.2.4. Обработка результатов

11.2.4.1. Массовую долю карбонатов X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}0030 \quad 100}{m},$$

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

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, 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;

m — масса накипи, взятая для анализа, г.

11.2.4.2. При массе пробы 100 мг допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 13.

Таблица 13

Массовая доля карбонатов, %	Допускаемое расхождение, %		Массовая доля карбонатов, %	Допускаемое расхождение, %	
	в абсолютных единицах	в относительных единицах		в абсолютных единицах	в относительных единицах
0,25	0,19	75	4,00	0,24	6
0,40	0,19	47	5,00	0,24	5
0,60	0,19	37	6,00	0,24	4
0,70	0,19	27	7,00	0,28	4
1,00	0,20	20	8,00	0,32	4
1,50	0,21	14	10,00	0,40	4
2,00	0,22	11	15,00 и более	—	3
3,00	0,24	8			

12. АНАЛИЗ ШЛАМОВ

Шламы отделяют от соленых вод фильтрованием с последующим высушиванием, взвешиванием, как указано в разд. 2 ГОСТ 26449.1—85. Проведение химического анализа — как указано в разд. 2—11.

gost.e-ecolog.ru