

**УСТАНОВКИ ДИСТИЛЛЯЦИОННЫЕ
ОПРЕСНИТЕЛЬНЫЕ СТАЦИОНАРНЫЕ**

Методы химического анализа накипи и шламов

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

**ГОСТ
26449.4—85**

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.

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 см³.

Колбы мерные вместимостью 500 см³.

Палочки стеклянные длиной 100—120 мм.

Стекла часовые.

Мензурка вместимостью 50 см³.

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 см³ 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 см³.

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 см³.

Палочки стеклянные длиной 100—120 мм.

Мензурка вместимостью 50 см³.

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 ДВУОКСИ 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 двуокси 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 см³.

Палочки стеклянные длиной 50—60 мм.

Воронки стеклянные.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Пипетки с делениями вместимостью 10 см³.

Пипетки без делений вместимостью 15, 20, 25 и 50 см³.

Колбы мерные вместимостью 500 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

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 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Добавление соляной кислоты и выпаривание раствора досуха повторяют еще раз, после чего добавляют 10 см³ соляной кислоты и 50 см³ 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 прокалывания, 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 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Тигель с остатком прокалывают в муфельной печи при температуре 900—1000 °С в течение 10 мин, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающего воздуха и взвешивают. Последовательные операции прокалывания, 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. Комплексометрический метод

4.1.1. Сущность метода

Кальций титруют в щелочной среде (рН 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 гидроксида натрия до рН 7, добавляют 90—100 см³ 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, см³;

0,0010 — масса кальция, эквивалентная массе трилона Б в 1 см³ раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм³, 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 см³.

Пипетки с делениями вместимостью 10 см³.

Пипетки без делений вместимостью 10 и 20 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Мензурки вместимостью 50 и 250 см³.

Воронки стеклянные.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Фильтры ФОМ по ГОСТ 12026—76.

Калий марганцовокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента

$C\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right)$ 0,1 моль/дм³; готовят из стандарт-титра.

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

Аммиак, разбавленный 1:1.

Аммоний щавелевокислый, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

Кислота щавелевая, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

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 см³ дистиллированной воды, 10 см³ раствора хлористого аммония, 20 см³ раствора щавелевой кислоты и 10 см³ раствора уксусной кислоты. Раствор разбавляют дистиллированной водой до 250—300 см³, 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 см³ горячего раствора соляной кислоты, фильтр промывают горячей дистиллированной водой, собирая раствор и промывные воды в стакан, в котором проводилось осаждение, добавляют 3—5 см³ 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 слабо-розовой 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, см³;
0,0020 — масса кальция, эквивалентная массе марганцовокислого калия в 1 см³ раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³, г;

m — масса накипи, 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. Комплексометрический метод

5.1.1. Сущность метода

Кальций и магний титруют раствором трилона Б в присутствии аммонийно-аммиачного буферного раствора (рН 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 рН 7, добавляют 90—100 см³ 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

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

С. 7 ГОСТ 26449.4—85

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 хлорид-ион (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 трехвалентного 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 см³. 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.

| 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 см³.

Пипетки с делениями вместимостью 5 и 10 см³.

Пипетки без делений вместимостью 20 см³.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Воронки стеклянные.

Мензурка вместимостью 500 см³.

Раствор буферный (pH 4,5—4,6); готовят следующим образом: 115 г уксуснокислого натрия растворяют в 600 см³ дистиллированной воды, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 75 см³ 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/дм³.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.

Основной стандартный раствор, 1 см³ раствора содержит 1 мг алюминия; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор; 1 см³ 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 см³, добавляют 1—2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, через 5—10 мин добавляют 20 см³ буферного раствора, 2 см³ 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 см³ помещают 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 см³ 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 см³ дистиллированной воды, 5 см³ раствора лимоннокислого аммония, 10 см³ раствора трилона Б, 10 см³ раствора аммиака, 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 10 см³ хлороформа. Содержимое воронки встряхивают в течение 2 мин. После отстаивания слой хлороформа сливают через фильтр в мерную колбу вместимостью 25 см³. Экстракцию проводят два раза. Объем 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, 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 см³ 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 гетерополиокислоту, восстанавливаемую тиомочевинной 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 см³.

Пипетки с делениями вместимостью 5 и 10 см³.

Мензурка вместимостью 50 и 1000 см³.

Воронки лабораторные диаметром 50—100 мм.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Аммиак водный, разбавленный 1:1.

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

Кислота соляная, раствор плотностью 1,105 г/см³; готовят следующим образом: 517,8 см³ соляной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

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

Тиомочевина, раствор с массовой концентрацией 80 г/дм³.

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

Смесь для восстановления; готовят следующим образом: к 700 см³ раствора тиомочевини добавляют 150 см³ раствора серноокислой меди. Смесь выдерживают в течение 24 ч и фильтруют.

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

Рабочий стандартный раствор, 1 см³ 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 см³, добавляют 2 см³ раствора железомонийных квасцов и нейтрализуют раствором аммиака до выпадения гидроксида железа, которую растворяют в соляной кислоте, добавляя ее по каплям. К полученному раствору добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты и 10 см³ смеси для восстановления. Через 2—3 мин в раствор вводят 10 см³ раствора соляной кислоты и по каплям при перемешивании 8 см³ 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 см³ помещают 2, 4, 6, 8, 10 см³ 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 накали, 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 дм³ с пробками.

Колбы мерные вместимостью 1000 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Бария гидроокись, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}\text{Ba}(\text{OH})_2\right)$

0,1 моль/дм³; готовят следующим образом: 23 г гидроокиси бария помещают в бутылку, растворяют в 2,5 дм³ дистиллированной воды, бутылку закрывают пробкой и дают раствору отстояться. При помощи сифона раствора переливают в другую бутылку, закрывают пробкой, через которую проходят две трубки: одна — длинная, соединяющая бутылку с бюреткой, другая — короткая, соединяющая бутылку со склянкой, содержащей раствор гидроокиси натрия для поглощения двуокиси углерода из воздуха.

Кислота щавелевая, стандарт-титр.

Кислота щавелевая, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}\right)$

0,1 моль/дм³; готовят из стандарт-титра.

Натрия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³.

Кислота соляная, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³; готовят следующим образом: 113 см³ 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 перемещают 10 см³ раствора гидроокиси бария, добавляют 90—100 см³ 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 шавелевой кислоты, израсходованный на титрование, см³.

11.1.4. Проведение анализа

Массу накипи, содержащую 5—15 мг двуокиси углерода, помещают в колбу-реактор. В склянки Дрекселя наливают по 25 см³ раствора гидроокиси бария. Колбу соединяют с холодильником, вставляют в него капельную воронку, через которую вводят 40 см³ 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 шавелевой 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, см³;

K — поправочный коэффициент к раствору гидроокиси бария;

V_2 — суммарный объем раствора шавелевой кислоты, израсходованный на титрование, см³;

0,0030 — масса карбонатов, эквивалентная массе шавелевой кислоты в 1 см³ раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³, 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.

Т а б л и ц а 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 %.

С. 15 ГОСТ 26449.4—85

11.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 250 см³ с пробками, со вставленными в них стеклянными трубками диаметром 3—5 мм, длиной 250 мм.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Натрия гидроксид, стандарт-титр.

Натрия гидроксид, раствор с молярной концентрацией эквивалента *C* (NaOH) 0,1 моль/дм³; готовят из стандарт-титра.

Кислота соляная, стандарт-титр.

Кислота соляная, раствор с молярной концентрацией эквивалента *C* (HCl) 0,1 моль/дм³; 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 см³ 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 гидроксида 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

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

где V_1 — объем раствора соляной кислоты, см³;

V_2 — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см³;

0,0030 — масса карбонатов, эквивалентная массе соляной кислоты в 1 см³ раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³, 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.