

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УСТАНОВКИ ДИСТИЛЛЯЦИОННЫЕ
ОПРЕСНИТЕЛЬНЫЕ СТАЦИОНАРНЫЕМетоды химического анализа промывных растворов
при очистке оборудованияГОСТ
26449.5—85

Stationary distillation desalting units.

Methods of washing solution chemical analysis at the equipment cleaning

МКС 13.060.50; 71.040.40
ОКСТУ 3614

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

01.01.87

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

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

1. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ

1.1. Сущность метода

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

Метод применяют при определении массовой концентрации соляной кислоты от 20 мг/дм³ и более.Нижний предел обнаружения составляет 12 мг/дм³.

1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колбы конические вместимостью 250 см³.Колбы мерные вместимостью 1000 см³.Пипетки с делениями вместимостью 2 и 5 см³.Бюретка вместимостью 25 см³.Мензурка вместимостью 100 см³.

Натрия гидроокись, стандарт-титр.

Натрия гидроокись, раствор с молярной концентрацией эквивалента С (1NaOH) 0,1 моль/дм³; готовят из стандарт-титра.Трилон Б, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.Кальций хлористый, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

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

1.3. Проведение анализа

В коническую колбу помещают 5 см³ раствора трилона Б, 2 см³ раствора хлористого кальция, 3—5 капель метилового красного и 80—90 см³ дистиллированной воды. Раствор нейтрализуют, добавляя из бюретки раствор гидроокиси натрия до перехода окраски из красной в желтую. В нейтральный раствор вводят объем исследуемого раствора, содержащий 2—80 мг соляной кислоты, и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски из красной в желтую.

1.4. Обработка результатов

1.4.1. Массовую концентрацию соляной кислоты X , мг/дм³, вычисляют по формуле

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

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³;
 0,00365 — масса соляной кислоты, 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.

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

Таблица 1

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

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

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

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ И ЖЕЛЕЗА**2.1. Сущность метода**

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

Метод применяют при определении массовой концентрации соляной кислоты от 8 мг/дм³ и более, железа (III) — от 4 мг/дм³ и более.

Нижний предел обнаружения составляет соответственно 4 и 1 мг/дм³.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Плитка электрическая.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Мензурка вместимостью 50 см³.

Колбы мерные вместимостью 1000 см³.

Пипетки с делениями вместимостью 5 и 10 см³.

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.

Натрия гидроокись, стандарт-титр.

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

Кислота сульфосалициловая, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³, нейтрализованный раствором гидроокиси натрия до pH 7.

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

Кислота соляная, разбавленная 1:10.

2.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 1,5—60,0 мг соляной кислоты и 1—40 мг железа, помещают в коническую колбу, добавляют 50—60 см³ дистиллированной воды, 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и титруют раствором гидроокиси натрия до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в желтую. К раствору добавляют соляную кислоту до восстановления красно-фиолетовой окраски 0,5—1,0 см³ раствора надсернистого аммония, нагревают до температуры 60—70 °С и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора в зеленовато-желтую.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую концентрацию железа X_1 , мг/дм³, вычисляют по формуле

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

где V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

0,0014 — масса железа, 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.

2.4.2. Массовую концентрацию соляной кислоты X_2 , мг/дм³, вычисляют по формуле

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

где V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³;

0,00365 — масса соляной кислоты, эквивалентная массе гидроокиси натрия в 1 см³ раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³, г;

1,86 — масса железа, эквивалентная массе гидроокиси натрия в 1 см³ раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³ (для реакции гидроокиси натрия с железосульфосалицилатным комплексом), мг.

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

Таблица 2

Массовая концентрация железа, мг/дм ³	Допускаемое расхождение	
	в абсолют- ных едини- цах, мг/дм ³	в относи- тельных единицах, %
1	0,7	74
2	0,8	40
4	0,8	20
6	0,8	14
8	0,9	11
10	0,9	9
15	0,9	6
20	1,0	5
30	1,2	4
40	1,6	4
60	1,8	3
80	2,4	3
100	3,0	3
150 и более	—	2

Таблица 3

Массовая концентрация кислоты, мг/дм ³	Допускаемое расхождение	
	в абсолют- ных едини- цах, мг/дм ³	в относи- тельных единицах, %
4	3,0	75
6	3,0	50
8	3,0	37
10	2,9	29
15	3,2	21
20	3,2	16
30	3,6	12
40	3,6	9
80	4,0	5
160	4,8	4
320	9,6	3
640 и более	—	2

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

4. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

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

4.2. Потенциометрический метод

4.2.1. Сущность метода

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

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

Нижний предел обнаружения составляет 64 мкг/дм³.

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

4.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Электрод измерительный медьселективный с электрическим сопротивлением $5 \cdot 10^{-2}$ — $7 \cdot 10^{-2}$ МОм; в диапазоне молярных концентраций меди C от 10^{-6} до 10^{-2} моль/дм³ крутизна электродной характеристики (28 ± 3) мВ/рС. Перед измерением электрод выдерживают в течение 24 ч в растворе сернистой меди с молярной концентрацией $1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³.

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 см³.

Пипетки с делениями вместимостью 1 и 10 см³.

Натрия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³.

Кислота серная, разбавленная 1:20.

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

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

Рабочий стандартный раствор, 1 см³ раствора содержит 10 мкг меди; готовят разведением основного стандартного раствора.

Имитирующий раствор; раствор хлористого кальция с массовой концентрацией 16,5 г/дм³.

4.2.3. Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают объем исследуемого раствора, содержащий 10—80 мкг меди, добавляют 20—30 см³ дистиллированной воды, нейтрализуют раствором гидроксида натрия в присутствии метилового красного до перехода окраски из красной в желтую, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор помещают в измерительную ячейку, погружают электроды, термокомпенсатор и через 2—3 мин измеряют значение ЭДС по шкале иономера.

Массовую концентрацию меди находят по градуировочному графику.

4.2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 см³ рабочего стандартного раствора, добавляют имитирующий раствор в объеме, равном объему исследуемого раствора, взятому для определения меди по п. 4.2.3, и доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация меди в растворах составляет соответственно 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800 мкг/дм³. Растворы в порядке возрастания массовой концентрации меди помещают в измерительную ячейку, погружают электроды, термокомпенсатор и через 2—3 мин измеряют значения ЭДС по шкале иономера.

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

4.2.5. Обработка результатов

4.2.5.1. Массовую концентрацию меди X , мкг/дм³, вычисляют по формуле

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

где V — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см³; m — массовая концентрация меди, найденная по градуировочному графику, мкг/дм³; V_1 — объем раствора в мерной колбе, см³.4.2.5.2. Относительные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 9,0 % для иономеров с основной погрешностью $\pm 2,5$ мВ.

5. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ ПРИ ОТСУТСТВИИ ФОСФАТОВ

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

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

5.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 2—20 мг кальция, помещают в коническую колбу, нейтрализуют раствором гидроксида натрия до pH 7, добавляют 90—100 см³ дистиллированной воды и далее анализ проводят, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 11.

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

6. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИЯ В ПРИСУТСТВИИ КАЛЬЦИЯ

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

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

6.3. Проведение анализа

Исследуемый раствор в объеме, равном объему для определения кальция по п. 5.3, помещают в коническую колбу, нейтрализуют раствором аммиака до pH 7, добавляют 90—100 см³ дистиллированной воды. Далее анализ проводят, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 10.

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

7. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ

7.1. Сущность метода

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

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

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

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

8. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВОССТАНОВИТЕЛЯ — ТИОМОЧЕВИНЫ

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

Метод применяют при определении массовой концентрации фосфора от 200 мкг/дм³ и более. Нижний предел обнаружения составляет 100 мкг/дм³.

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

8.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 20—100 мкг фосфора, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и далее анализ проводят, как указано в ГОСТ 26449.4—85, разд. 10.

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

8.5. Обработка результатов

8.5.1. Массовую концентрацию фосфора X , мг/дм³ вычисляют по формуле

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

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

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

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

Таблица 4

Массовая концентрация фосфора, мг/дм ³	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация фосфора, мг/дм ³	Допускаемое расхождение	
	в абсолют- ных едини- цах, мг/дм ³	в относи- тельных единицах, %		в абсолют- ных едини- цах, мг/дм ³	в относи- тельных единицах, %
100	80	80	600	110	19
150	80	55	700	120	18
200	80	40	800	130	17
300	90	30	1000	140	14
400	100	25	1500	120	11
500	110	21	2000 и более	—	10

9. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УРОТРОПИНА**9.1. Сущность метода**

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

Метод применяют при определении массовой концентрации уротропина от 26 мг/дм³ и более. Нижний предел обнаружения составляет 13 мг/дм³.

9.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Баня водяная.

Колба коническая вместимостью 250 см³ со шлифом.

Холодильник со шлифом.

Колбы мерные вместимостью 1000 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Пипетки с делениями вместимостью 5 и 10 см³.

Мензурка вместимостью 50 см³.

Натрия гидроокись, стандарт-титр.

Натрия гидроокись, раствор с молярной концентрацией эквивалента $C(1\text{NaOH})$ 0,1 моль/дм³; готовят из стандарт-титра.

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

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

Кислота серная, разбавленная 1:1.

Индикатор смешанный; готовят следующим образом: 0,1 г метилового оранжевого растворяют в 50 см³ дистиллированной воды и 0,25 г индигокармина — в 50 см³ дистиллированной воды. Растворы смешивают и хранят в посуде из темного стекла.

9.3. Проведение анализа

Объем исследуемого раствора, содержащий 2,5—10,0 мг уротропина, помещают в колбу со шлифом, добавляют 5 см³ соляной кислоты. Колбу соединяют с холодильником и нагревают на водяной бане в течение 4 ч. Раствор охлаждают до температуры 20—25 °С, добавляют 40—50 см³ дистиллированной воды, 3—4 капли смешанного индикатора, нейтрализуют раствором гидроксида натрия до перехода окраски раствора из фиолетовой в сине-зеленую, после чего добавляют 5 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и выдерживают в течение 30 мин. Затем титруют раствором

гидроокиси натрия до перехода окраски из фиолетовой в сине-зеленую. Одновременно через все стадии анализа проводят раствор, содержащий 100 см³ дистиллированной воды и реактивы.

9.4. Обработка результатов

9.4.1. Массовую концентрацию уротропина X , мг/дм³, вычисляют по формуле

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

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

V_2 — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование дистиллированной воды, см³;

0,0023 — масса уротропина, 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.

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

Т а б л и ц а 5

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