

**УСТАНОВКИ ДИСТИЛЛЯЦИОННЫЕ  
ОПРЕСНИТЕЛЬНЫЕ СТАЦИОНАРНЫЕ**
**Методы химического анализа соленых вод  
и дистиллята на содержание газов**
**ГОСТ  
26449.3—85**

Stationary distillation desalting units. Methods of saline water and distillate chemical analysis on gas content

 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 соленых вод и дистиллята на контролируемые газообразные компоненты.

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

**1. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОРОДА**
**1.1. Колориметрический метод с использованием сафранина T**
**1.1.1. Сущность метода**

 Кислород, содержащийся в исследуемом растворе, образует с сафранином T, восстановленным амальгамированным цинком, окрашенное в красный цвет соединение. Массовую концентрацию кислорода определяют визуально по интенсивности окраски, используя растворы сравнения. Метод применяют при определении массовой концентрации кислорода от 5 до 30 мкг/дм<sup>3</sup>.

**1.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Сосуд для отбора проб — в соответствии с черт. 1 справочного приложения.

 Редуктор, представляющий собой бюретку, вместимостью 100 см<sup>3</sup>, с капилляром.

Весы аналитические.

Весы технические.

 Колбы мерные вместимостью 100, 250 и 500 см<sup>3</sup>.

 Пипетки с делениями вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

 Пипетки без делений вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Цинк гранулированный.

 Кислота азотная, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

 Ртуть азотнокислая, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Цинк амальгамированный: готовят следующим образом: цинк промывают раствором азотной кислоты, заливают раствором азотнокислой ртути и перемешивают в течение 20—30 мин до образования на гранулах блестящего слоя амальгамы. Гранулы амальгамированного цинка промывают дистиллированной водой.

Спирт этиловый.

Аммиак, разбавленный 4:1.

 Кислота соляная, раствор с молярной концентрацией эквивалента C (HCl) 0,001 моль/дм<sup>3</sup>.

 Сафранин T, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,1 г сафранина T, 50 см<sup>3</sup> этилового спирта, 15 см<sup>3</sup> раствора аммиака, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Основной имитирующий раствор; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> помещают 0,1064 г сафранина *T*, доводят объем раствора до метки раствором соляной кислоты и перемешивают.

Рабочий имитирующий раствор; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 25 см<sup>3</sup> основного имитирующего раствора, доводят объем раствора до метки раствором соляной кислоты и перемешивают. Рабочий имитирующий раствор при тысячекратном разбавлении соответствует по интенсивности окраски исследуемому раствору с массовой концентрацией кислорода 1 мкг/дм<sup>3</sup>, прореагировавшего с восстановленным сафранином *T*.

#### 1.1.3. Подготовка к анализу

1.1.3.1 В редуктор помещают 25—30 см<sup>3</sup> сафранина *T*, на <sup>2</sup>/<sub>3</sub> вместимости — амальгамированный цинк и дополняют раствором сафранина *T* до верхнего деления шкалы. При восстановлении сафранина *T* раствор обесцвечивается.

1.1.3.2. Для приготовления растворов сравнения в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см<sup>3</sup> рабочего имитирующего раствора, 1,5 см<sup>3</sup> этилового спирта, объемы растворов доводят до метки раствором соляной кислоты и перемешивают. Интенсивность окраски растворов сравнения соответствует массовой концентрации кислорода 5, 10, 15, 20, 25, 30 мкг/дм<sup>3</sup>.

#### 1.1.4. Проведение анализа

В сосуд для отбора проб, заполненный исследуемым раствором, вводят через капилляр редуктора 4 см<sup>3</sup> раствора восстановленного сафранина *T* (верхний кран сосуда закрыт). Через 8 мин сравнивают окраску раствора с окраской растворов сравнения.

#### 1.1.5. Обработка результатов

Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 5 мкг/дм<sup>3</sup>.

### 1.2. Фотоколориметрический метод с использованием метиленового голубого

#### 1.2.1. Сущность метода

Кислород, содержащийся в исследуемом растворе, образует метиленовым голубым, восстановленным глюкозой, окрашенное в синий цвет соединение. Интенсивность окраски раствора измеряют на фотоэлектроколориметре.

Метод применяют при определении массовой концентрации кислорода от 0 до 100 мкг/дм<sup>3</sup>.

#### 1.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Кювета с крышкой, снабженной двумя штуцерами. Натекание воздуха не должно превышать  $2,9 \cdot 10^{-6} \text{ м}^3 \cdot \text{Па/с}$ .

Весы аналитические.

Весы технические.

Шприц медицинский.

Цилиндр вместимостью 50 см<sup>3</sup> с притертой пробкой.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250 и 1000 см<sup>3</sup>.

Мензурка вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

Пипетки с делениями вместимостью 1 и 5 см<sup>3</sup>.

*D*-глюкоза.

Глицерин.

Спирт этиловый.

Калия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 400 мкг/дм<sup>3</sup>.

Метиленовый голубой.

Основной раствор метиленового голубого; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 0,3 г метиленового голубого, 1,2 г глюкозы, 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, доводят объем раствора до метки глицерином и перемешивают.

Рабочий раствор метиленового голубого; готовят следующим образом: в цилиндр помещают 39 см<sup>3</sup> основного раствора метиленового голубого и 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси калия. При восстановлении метиленового голубого раствор обесцвечивается. Раствор хранят при температуре (20±5) °С не более 24 ч, исключая попадание прямых солнечных лучей.

Основной имитирующий раствор; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 0,2460 г метиленового голубого, добавляют 500 см<sup>3</sup> этилового спирта, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

### С. 3 ГОСТ 26449.3—85

Рабочий имитирующий раствор; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 47,5 см<sup>3</sup> основного имитирующего раствора, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Рабочий имитирующий раствор при двухсоткратном разбавлении соответствует по интенсивности окраски исследуемому раствору с массовой концентрацией кислорода 10 мкг/дм<sup>3</sup>, прореагировавшего с восстановленным метиленовым голубым.

#### 1.2.3. Проведение анализа

В кювету с исследуемым раствором с помощью шприца вводят 1 см<sup>3</sup> рабочего раствора метиленового голубого, перемешивают и через 1 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (длина волны  $\lambda = 650$  нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения используют исследуемый раствор.

#### 1.2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 1, 2, 3, 4 и 5 см<sup>3</sup> рабочего имитирующего раствора и доводят объемы раствора до метки дистиллированной водой. Интенсивность окраски растворов соответствует массовой концентрации кислорода 20, 40, 60, 80 и 100 мкг/дм<sup>3</sup>. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром (длина волны  $\lambda = 650$  нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массовой концентрации кислорода строят градуировочный график.

#### 1.2.5. Обработка результатов

1.2.5.1. Массовую концентрацию кислорода находят по градуировочному графику.

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

Таблица 1

Массовая концентрация кислорода, мкг/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация кислорода, мкг/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мкг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мкг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %
10	7,5	75	50	9,5	19
20	8,2	41	70	11,1	16
30	8,7	29	100	13,0	13
40	9,2	23			

### 1.3. Колориметрический метод определения кислорода в интервале массовых концентраций 10—100 мкг/дм<sup>3</sup>

#### 1.3.1. Сущность метода

Кислород, содержащийся в исследуемом растворе, образует с метиленовым голубым, восстановленным амальгамированным цинком, окрашенное в синий цвет соединение. Массовую концентрацию кислорода определяют по интенсивности окраски, используя растворы сравнения.

#### 1.3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Сосуд для отбора проб — в соответствии с черт. 1 справочного приложения.

Редуктор, представляющий собой бюретку, вместимостью 100 см<sup>3</sup>, с капилляром.

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250 и 1000 см<sup>3</sup>.

Пипетки с делениями вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Цинк амальгамированный; готовят, как указано в п. 1.1.2.

Спирт этиловый.

Метиленовый голубой.

Метиленовый голубой, раствор; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 0,2460 г метиленового голубого, растворяют в 500 см<sup>3</sup> этилового спирта и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Имитирующий раствор; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 47,5 см<sup>3</sup> раствора метиленового голубого, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Имитирующий раствор при двухсоткратном разбавлении соответствует по интенсивности исследуемому раствору с массовой концентрацией кислорода 10 мкг/дм<sup>3</sup>, прореагировавшего с восстановленным метиленовым голубым.

#### 1.3.3. Подготовка к анализу

1.3.3.1 В редуктор помещают 25—30 см<sup>3</sup> раствора метиленового голубого, на <sup>2</sup>/<sub>3</sub> вместимости — амальгамированный цинк, дополняют раствором метиленового голубого до верхнего деления шкалы. При восстановлении метиленового голубого раствор обесцвечивается.

1.3.3.2 Для приготовления растворов сравнения в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см<sup>3</sup> имитирующего раствора, доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой и перемешивают. Интенсивность окраски растворов сравнения соответствует массовой концентрации кислорода 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 мкг/дм<sup>3</sup>.

#### 1.3.4. Проведение анализа

В сосуд для отбора проб, заполненный исследуемым раствором, вводят через капилляр редуктора 2 см<sup>3</sup> раствора восстановленного метиленового голубого (верхний кран сосуда закрыт). Через 5 мин сравнивают окраску раствора с окраской растворов сравнения.

#### 1.3.5. Обработка результатов

Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 10 мкг/дм<sup>3</sup>.

### 1.4. Колориметрический метод определения кислорода в интервале массовых концентраций 50—500 мкг/дм<sup>3</sup>

#### 1.4.1. Сущность метода — по п. 1.3.1.

#### 1.4.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 1.3.2.

#### 1.4.3. Подготовка к анализу

##### 1.4.3.1. Подготовка редуктора — по п. 1.3.3.1.

1.4.3.2. Для приготовления растворов сравнения в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0; 17,5; 20,0; 22,5; 25,0 см<sup>3</sup> имитирующего раствора, доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой и перемешивают. Интенсивность окраски растворов сравнения соответствует массовой концентрации кислорода 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 мкг/дм<sup>3</sup>.

#### 1.4.4. Проведение анализа

В сосуд для отбора проб, заполненный исследуемым раствором, вводят через капилляр редуктора 5 см<sup>3</sup> раствора восстановленного метиленового голубого (верхний кран сосуда закрыт). Через 5 мин сравнивают окраску раствора с окраской растворов сравнения.

#### 1.4.5. Обработка результатов

Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 50 мкг/дм<sup>3</sup>.

### 1.5. Колориметрический метод определения кислорода в интервале массовых концентраций 10—100 мкг/дм<sup>3</sup> в присутствии затравки

#### 1.5.1. Сущность метода — по п. 1.3.1.

Влияние затравки, представляющей собой суспензию углекислого кальция с массовой концентрацией 50—100 г/дм<sup>3</sup>, учитывают использованием растворов сравнения, приготовленных на фоне исследуемого раствора, содержащего затравку.

#### 1.5.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 1.3.2.

#### 1.5.3. Подготовка к анализу

##### 1.5.3.1. Подготовка редуктора — по п. 1.3.3.1.

1.5.3.2. Для приготовления растворов сравнения в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см<sup>3</sup> имитирующего раствора, доводят объемы растворов до метки исследуемым раствором и перемешивают. Интенсивность окраски растворов сравнения соответствует массовой концентрации кислорода 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 мкг/дм<sup>3</sup>.

#### 1.5.4. Проведение анализа — по п. 1.3.4.

## С. 5 ГОСТ 26449.3—85

### 1.5.5. Обработка результатов

Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 10 мкг/дм<sup>3</sup>.

### 1.6. Колориметрический метод определения кислорода в интервале массовых концентраций 50—500 мкг/дм<sup>3</sup> в присутствии затравки

1.6.1. Сущность метода — по п. 1.5.1.

1.6.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 1.3.2.

1.6.3. Подготовка к анализу

1.6.3.1. Подготовка редуктора — по п. 1.3.3.1.

1.6.3.2. Для приготовления растворов сравнения в мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0; 17,5; 20,0; 22,5; 25,0 см<sup>3</sup> имитирующего раствора, доводят объемы растворов до метки исследуемым раствором и перемешивают. Интенсивность окраски растворов сравнения соответствует массовой концентрации кислорода 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 мкг/дм<sup>3</sup>.

1.6.4. Проведение анализа — по п. 1.4.4.

1.6.5. Обработка результатов

Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать 50 мкг/дм<sup>3</sup>.

### 1.7. Титриметрический метод определения кислорода в интервале массовых концентраций 0,2—4,0 мг/дм<sup>3</sup>

1.7.1. Сущность метода

Кислород, содержащийся в исследуемом растворе, окисляет марганец (II) в щелочной среде до марганца (IV). В кислой среде марганец (IV) восстанавливается до марганца (II), окисляя йод в количестве, эквивалентном связанному кислороду. Выделившийся йод титруют раствором серноватистокислого натрия.

Влияние окислителей и восстановителей, содержащихся в исследуемом растворе, учитывают изменением порядка введения реактивов в две одновременно взятые пробы.

1.7.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Сосуд для отбора проб вместимостью 100—200 см<sup>3</sup> — в соответствии с черт. 2 приложения. Вместимость сосуда определяют по п. 5.1 приложения.

Весы технические.

Воронки лабораторные диаметром 50—100 мм.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Пипетки с делениями вместимостью 1 и 5 см<sup>3</sup> с капиллярами.

Пипетки без делений вместимостью 1 см<sup>3</sup>.

Колбы конические вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

Мензурка вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Натрий серноватистокислый, стандарт-титр.

Натрий серноватистокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента

$C \left( \frac{1}{2} \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \right) 0,002 \text{ моль/дм}^3$ ; готовят разведением раствора, приготовленного из стандарт-титра.

Кислота серная.

Марганец хлористый, раствор; готовят следующим образом: 45 г хлористого марганца растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, фильтруют, добавляют 1 см<sup>3</sup> серной кислоты.

Натрия гидроокись.

Калий йодистый.

Калий йодноватокислый.

Смесь йодид-йодатная; готовят следующим образом: в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды растворяют 36 г гидроокиси натрия, 20 г йодистого калия и 0,05 г йодноватокислого калия.

Крахмал, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 4517—87.

Кислота ортофосфорная, разбавленная 1:1.

## 1.7.3. Проведение анализа

Исследуемый раствор отбирают в два сосуда для отбора проб.

В первый сосуд добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого марганца, 3 см<sup>3</sup> йодид-йодатной смеси, перемешивают и после отстаивания раствора добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора ортофосфорной кислоты.

Во второй сосуд вводят 5 см<sup>3</sup> раствора ортофосфорной кислоты, 3 см<sup>3</sup> йодид-йодатной смеси и 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого марганца, перемешивая содержимое сосуда после добавления каждого реактива.

Растворы из сосудов помещают в конические колбы и титруют раствором серноватистокислого натрия до светло-желтой окраски, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и титруют до обесцвечивания.

## 1.7.4. Обработка результатов

1.7.4.1. Массовую концентрацию кислорода  $X$ , мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot 0,016 \cdot 1000}{V_2} - \frac{V_3 \cdot 0,016 \cdot 1000}{V_4},$$

где  $V_1$  — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование раствора из первого сосуда, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — вместимость первого сосуда, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование раствора из второго сосуда, см<sup>3</sup>;

$V_4$  — вместимость второго сосуда, см<sup>3</sup>;

0,016 — масса кислорода, эквивалентная массе серноватистокислого натрия в 1 см<sup>3</sup> раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,002 моль/дм<sup>3</sup>, мг.

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

Таблица 2

Массовая концентрация кислорода, мг/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация кислорода, мг/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %
0,14	0,10	71	1,00	0,10	10
0,20	0,10	50	1,20	0,11	9
0,30	0,10	33	1,40	0,11	8
0,40	0,10	25	1,60	0,11	7
0,50	0,10	20	1,80	0,11	6
0,60	0,10	17	2,00	0,12	6
0,70	0,10	14	2,50	0,13	5
0,80	0,10	13	3,00	0,13	4
0,90	0,10	11	4,00	0,15	4

1.8. Титриметрический метод определения кислорода в интервале массовых концентраций 1—10 мг/дм<sup>3</sup>

1.8.1. Сущность метода — по п. 1.7.1.

1.8.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 1.7.2 (кроме раствора натрия серноватистокислого)

Натрий серноватистокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента

$C \left( \frac{1}{2} \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \right)$  0,01 моль/дм<sup>3</sup>; готовят разведением раствора, приготовленного из стандарт-титра.

1.8.3. Проведение анализа — по п. 1.7.3.

## 1.8.4. Обработка результатов

1.8.4.1. Массовую концентрацию кислорода  $X$ , мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot 0,08 \cdot 1000}{V_2} - \frac{V_3 \cdot 0,08 \cdot 1000}{V_4},$$



## С. 7 ГОСТ 26449.3—85

где  $V_1$  — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование раствора из первого сосуда, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — вместимость первого сосуда, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование раствора из второго сосуда, см<sup>3</sup>;

$V_4$  — вместимость второго сосуда, см<sup>3</sup>;

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

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

Т а б л и ц а 3

Массовая концентрация кислорода, мг/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация кислорода, мг/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %
0,4	0,30	75	5,0	0,36	7
0,5	0,30	60	6,0	0,38	6
1,0	0,30	30	7,0	0,40	6
2,0	0,30	15	8,0	0,41	5
3,0	0,32	10	9,0	0,42	5
4,0	0,34	8	10,0	0,45	5

### 1.9. Титриметрический метод определения кислорода в интервале массовых концентраций 1—10 мг/дм<sup>3</sup> в присутствии затравки

1.9.1. Сущность метода — по п. 1.7.1.

Влияние затравки устраняют отстаиванием исследуемого раствора.

1.9.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 1.7.2 (кроме сосудов для отбора проб и раствора серноватистокислого натрия)

Сосуды для отбора проб — в соответствии с черт. 3 приложения.

Натрий серноватистокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента

$C\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}\right)$  0,01 моль/дм<sup>3</sup>; готовят разведением раствора, приготовленного из стандарт-титра.

1.9.3. Проведение анализа

Исследуемый раствор отбирают в два сосуда для отбора проб. После отстаивания раствора склянки сосуда разъединяют, предварительно перекрыв соединительные шланги зажимами, и далее проводят анализ, как указано в п. 1.7.3.

1.9.4. Обработка результатов — по п. 1.8.4.

### 1.10. Электрометрический метод

1.10.1. Сущность метода

Массовую концентрацию кислорода определяют по силе тока, возникающего в результате диффузии растворенного кислорода через мембрану датчика кислородомера, погруженного в исследуемый раствор, движущийся со скоростью 10—500 см/с.

1.10.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 1.8.2 или при наличии затравки по п. 1.9.2 и перечисленные ниже.

Кислородомер КЛ-115 с пределом допускаемой основной погрешности измерения 0,2—0,4 мг/дм<sup>3</sup> для массовых концентраций кислорода 0,3—20,0 мг/дм<sup>3</sup>.

Термометр ртутный со шкалой 0—50 °С и ценой деления 0,1 °С.

Барометр мембранный метеорологический.

Мешалка магнитная.

Прибор регистрирующий вторичный с пределом допускаемой основной погрешности ±1 % от верхнего предела измерения.

Весы технические.

Мензурка вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Стандартный раствор 1, раствор натрия сернистокислового с массовой концентрацией 80 г/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 80 г безводного сернистокислового натрия растворяют в 1 дм<sup>3</sup> исследуемого раствора и выдерживают в течение 8 ч, хранят в банке с притертой пробкой.

Стандартный раствор 2, исследуемый раствор с известной массовой концентрацией кислорода, определенной, как указано в п. 1.8 или при наличии затравки — в п. 1.9; готовят следующим образом: 10 дм<sup>3</sup> исследуемого раствора помещают в бутылку и насыщают кислородом воздуха при температуре и давлении окружающей среды.

#### 1.10.3. Подготовка к анализу

Датчик кислородомера выдерживают в течение 4—5 ч в дистиллированной воде. Для градуировки шкалы кислородомера используют стандартные растворы 1 и 2. В измерительную ячейку помещают стандартный раствор 1, погружают датчик и при перемешивании устанавливают на шкале кислородомера значение массовой концентрации кислорода 0—0,2 мг/дм<sup>3</sup>.

Измерительную ячейку и датчик кислородомера промывают дистиллированной водой и стандартным раствором 2. Затем в измерительную ячейку помещают стандартный раствор 2, погружают датчик и при перемешивании устанавливают на шкале кислородомера значение массовой концентрации кислорода.

#### 1.10.4. Проведение анализа

Датчик погружают в исследуемый раствор и через 20—30 мин определяют массовую концентрацию кислорода по шкале кислородомера или с использованием вторичного регистрирующего прибора.

1.10.5. Погрешность определения массовой концентрации кислорода не должна превышать значений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая концентрация кислорода, мкг/дм <sup>3</sup>	Погрешность определения массовой концентрации		Массовая концентрация кислорода, мкг/дм <sup>3</sup>	Погрешность определения массовой концентрации	
	в абсолютных единицах, мкг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мкг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %
0,3	0,20	67	3,0	0,23	8
0,4	0,20	50	5,0	0,25	5
0,5	0,21	42	7,0	0,27	4
0,7	0,21	30	10,0	0,30	3
1,0	0,21	21	15,0	0,35	2
1,5	0,22	15	20,0	0,40	2
2,0	0,22	11			

## 2. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОЙ ДВУОКСИ УГЛЕРОДА

### 2.1. Метод потенциометрического титрования в интервале массовых концентраций двуокиси углерода 0,5—60,0 мг/дм<sup>3</sup>

#### 2.1.1. Сущность метода

Свободная двуокись углерода взаимодействует с гидроокисью натрия с образованием двууглекислого натрия. Титрование проводят до рН 8,4.

#### 2.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Сосуд для потенциометрического титрования — в соответствии с черт. 4 приложения. Вместимость сосуда определяют по п. 6.1 приложения.

Электрод стеклянный типа 1 или 3 по ГОСТ 16287—77.

Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный по ГОСТ 17792—72.

Термокомпенсатор автоматический с тепловой инерционностью не более 3 мин.

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

Растворы буферные с рН, равными 6,86 и 9,18; готовят по ГОСТ 8.135—74.

Мешалка электромагнитная.



## С. 9 ГОСТ 26449.3—85

Микробюретка вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись, стандарт-титр.

Натрия гидроокись, раствор с молярной концентрацией эквивалента *C* (1NaOH) 0,01 моль/дм<sup>3</sup>; готовят разведением раствора, приготовленного из стандарт-титра.

### 2.1.3. Проведение анализа

Сосуд для потенциометрического титрования, заполненный исследуемым раствором, устанавливают на электромагнитную мешалку, погружают электроды и термокомпенсатор и титруют раствором гидроокиси натрия до pH 8,4.

### 2.1.4. Обработка результатов

2.1.4.1. Массовую концентрацию свободной двуокиси углерода *X*, мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot 0,44 \cdot 1000}{V},$$

где *V*<sub>1</sub> — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,44 — масса двуокиси углерода, эквивалентная массе гидроокиси натрия в 1 см<sup>3</sup> раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, мг;

*V* — вместимость сосуда, см<sup>3</sup>.

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

Таблица 5

Массовая концентрация свободной двуокиси кислорода, мг/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация свободной двуокиси кислорода, мг/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %
0,3	0,05	17	3,0	0,10	3
0,5	0,06	12	4,0	0,12	3
1,0	0,06	6	5,0	0,14	3
2,0	0,08	4	6,0 и более	0,19	3

## 2.2. Метод потенциометрического титрования в интервале массовых концентраций двуокиси углерода 5—500 мг/дм<sup>3</sup>

2.2.1. Сущность метода — по п. 2.1.1.

2.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 2.1.2 (кроме раствора гидроокиси натрия)

Натрия гидроокись, раствор с молярной концентрацией эквивалента *C* (1NaOH) 0,01 моль/дм<sup>3</sup>; готовят из стандарт-титра.

2.2.3. Проведение анализа, как указано в п. 2.1.3.

### 2.2.4. Обработка результатов

2.2.4.1. Массовую концентрацию свободной двуокиси углерода *X*, мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot 4,4 \cdot 1000}{V},$$

где *V*<sub>1</sub> — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

4,4 — масса двуокиси углерода, эквивалентная массе гидроокиси натрия в 1 см<sup>3</sup> раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, мг;

*V* — вместимость сосуда, см<sup>3</sup>.

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

Таблица 6

Массовая концентрация свободной двуокиси кислорода, мг/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация свободной двуокиси кислорода, мг/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах мг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %
2,5	0,41	16,0	15,0	0,70	5,0
3,0	0,41	14,0	20,0	0,72	4,0
4,0	0,43	11,0	25,0	0,72	3,0
5,0	0,45	9,0	30,0	0,82	3,0
6,0	0,50	8,0	40,0	1,19	3,0
8,0	0,50	6,0	100,0 и более	—	2,0
10,0	0,54	5,0			

### 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРОВОДОРОДА

#### 3.1. Сущность метода

Сульфид-ионы осаждают в виде сернистого кадмия и окисляют йодом. Избыток йода оттитровывают раствором серноватистокислого натрия.

Метод применяют при определении массовой концентрации сероводорода от 2 мг/дм<sup>3</sup> и более.

Нижний предел обнаружения составляет 0,8 мг/дм<sup>3</sup>.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Банки с притертыми пробками вместимостью 500—800 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Бюретка вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Пипетки без делений вместимостью 10 и 20 см<sup>3</sup>.

Мензурка вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Кислота уксусная.

Кадмий уксуснокислый, раствор; готовят следующим образом: в мерную колбу помещают 40 г уксуснокислого кадмия, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 40 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

Натрий серноватистокислый, стандарт-титр.

Натрий серноватистокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента

$C\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}\right) 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>; готовят разведением раствора, приготовленного из стандарт-титра.

Йод, стандарт-титр.

Йод, раствор с молярной концентрацией эквивалента  $C\left(\frac{1}{2}\text{I}_2\right) 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>; готовят разведением раствора, приготовленного из стандарт-титра.

Крахмал, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 4517—87.

#### 3.3. Подготовка к анализу

В банку помещают 100 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого кадмия и исследуемый раствор в объеме, содержащем 1—10 мг сероводорода. Раствор отстаивают до полного осветления.

#### 3.4. Проведение анализа

Осветленный раствор отделяют от осадка сернистого кадмия декантацией. Осадок переносят в коническую колбу, добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора йода и 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. Избыток раствора йода титруют раствором серноватистокислого натрия до светло-желтой окраски, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и титруют до обесцвечивания.

**3.5. Обработка результатов**

3.5.1. Массовую концентрацию сероводорода  $X$ , мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,852 \cdot 1000}{V},$$

где  $V_1$  — объем раствора йода, добавленный к исследуемому раствору, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора серноватистокислорода натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,852 — масса сероводорода, эквивалентная массе серноватистокислорода натрия в 1 см<sup>3</sup> раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, мг;

$V$  — объем исследуемого раствора, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

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

Таблица 7

Массовая концентрация сероводорода, мг/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение		Массовая концентрация сероводорода, мг/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение	
	в абсолютных единицах, мг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %		в абсолютных единицах, мг/дм <sup>3</sup>	в относительных единицах, %
0,8	0,6	75,0	14,0	0,9	7,0
1,0	0,6	60,0	16,0	0,9	6,0
2,0	0,6	30,0	18,0	0,9	5,0
4,0	0,6	15,0	20,0	0,9	4,5
6,0	0,7	11,0	25,0	1,0	4,0
8,0	0,7	9,0	30,0	1,0	3,3
10,0	0,8	8,0	40,0	1,3	3,2
12,0	0,8	7,0			

*ПРИЛОЖЕНИЕ*  
*Справочное*

**ОТБОР ПРОБ СОЛЕННЫХ ВОД И ДИСТИЛЛЯТА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ГАЗОВ**

1. Длина коммуникаций пробоотбора не должна превышать 6 м.

2. Сосуды для отбора проб (см. черт. 1—4) следует присоединять к пробоотборному устройству (черт. 1 и 2 приложения 2 ГОСТ 26449.0—85) при помощи резинового шланга.

3. Перед отбором пробы сосуды необходимо промывать не менее чем 6-кратным объемом исследуемого раствора.

4. Отбор проб из коммуникаций и аппаратов, находящихся под вакуумметрическим давлением, следует производить, как указано в приложении 2 ГОСТ 26449.0—85.

5. При отборе проб для определения массовой концентрации кислорода следует использовать сосуды в соответствии с черт. 1—3, вместимость которых предварительно определяют гравиметрическим методом.

**6. Гравиметрический метод определения вместимости сосудов**

**6.1. Сущность метода**

Вместимость сосудов для отбора проб определяют по массе дистиллированной воды с температурой 20 °С.

**6.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы технические.

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

Шкаф сушильный.

Эксикатор.

Термометр ртутный стеклянный со шкалой от 0 до 50 °С и ценой деления 0,1 °С.

Бумага фильтровальная.

