

**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.

Т а б л и ц а 1

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

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

## 2. МЕТОДЫ РАЗЛОЖЕНИЯ ПРОКАЛЕННОГО ОСТАТКА НАКИПИ

### 2.1. Растворение в соляной кислоте

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

Плитка электрическая.

Стаканы химические вместимостью 150—200 см<sup>3</sup>.

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

Палочки стеклянные длиной 100—120 мм.

Стекла часовые.

Мензурка вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

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

### 2.2. Сплавление с гидроокисью натрия

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

Весы технические.

Плитка электрическая.

Тигли серебряные.

Стаканы химические вместимостью 150—200 см<sup>3</sup>.

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.

## С. 3 ГОСТ 26449.4—85

### 2.3. Сплавление с углекислым натрием

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

Весы технические.

Тигли платиновые.

Стаканы химические вместимостью 150—200 см<sup>3</sup>.

Палочки стеклянные длиной 100—120 мм.

Мензурка вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup>.

Палочки стеклянные длиной 50—60 мм.

Воронки стеклянные.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Пипетки с делениями вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Пипетки без делений вместимостью 15, 20, 25 и 50 см<sup>3</sup>.

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

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

Кислота соляная.

Кислота соляная, разбавленная 1:100.

Кислота серная.

Кислота фтористоводородная.

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

### 3.3. Проведение анализа

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

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

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

### 3.4. Обработка результатов

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

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

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

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

$m$  — масса накипи, взятая для анализа, г.

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

Т а б л и ц а 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 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и далее проводят анализ, как указано в ГОСТ 26449.1—85, разд. 11.

#### 4.1.4. Обработка результатов

4.1.4.1. Массовую долю кальция  $X$  в процентах вычисляют по формуле

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

где  $V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,0010 — масса кальция, эквивалентная массе трилона Б в 1 см<sup>3</sup> раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, г;

$m$  — масса накипи, взятая для анализа, г.

## С. 5 ГОСТ 26449.4—85

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.

Т а б л и ц а 3

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

### 4.2. Перманганатометрический метод

#### 4.2.1. Сущность метода

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

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

Нижний предел обнаружения составляет 0,25 %.

#### 4.2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы технические.

Плитка электрическая.

Стаканы химические вместимостью 400 см<sup>3</sup>.

Пипетки с делениями вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

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

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

Мензурки вместимостью 50 и 250 см<sup>3</sup>.

Воронки стеклянные.

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

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/дм<sup>3</sup>; готовят из стандарт-титра.

Аммоний хлористый, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак, разбавленный 1:1.

Аммоний щавелевокислый, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота щавелевая, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная, разбавленная 1:10.

Кислота соляная, разбавленная 1:3.

Кислота уксусная, разбавленная 1:9.

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

#### 4.2.3. Проведение анализа

Объем исходного раствора из мерной колбы после отделения кремниевой кислоты (см. п. 3.3), содержащий 2—40 мг кальция, помещают в стакан, добавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония, 20 см<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты и 10 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты. Раствор разбавляют дистиллированной водой до 250—300 см<sup>3</sup>, нагревают до кипения, добавляют 5—8 капель раствора метилового оранжевого и по каплям — раствор аммиака до перехода окраски раствора из красной в желтую. Раствор кипятят в течение 5 мин и выдерживают в течение 2 ч при температуре 30—40 °С, затем осадок отфильтровывают и промывают 2—3 раза горячим раствором щавелевокислого аммония. Осадок щавелевокислого кальция растворяют на фильтре 20 см<sup>3</sup> горячего раствора соляной кислоты, фильтр промывают горячей дистиллированной водой, собирая раствор и промывные воды в стакан, в котором проводилось осаждение, добавляют 3—5 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;  
0,0020 — масса кальция, эквивалентная массе марганцовокислого калия в 1 см<sup>3</sup> раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

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

0,0006 — масса магния, эквивалентная массе трилона Б в 1 см<sup>3</sup> раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, 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.

Т а б л и ц а 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<sup>3</sup>.

Стаканы химические вместимостью 400 см<sup>3</sup>.

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

Пипетки без делений вместимостью 15 см<sup>3</sup>.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

Аммиак, разбавленный 1:2,5 и 1:10.

Серебро азотнокислое, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>.

#### 5.2.3. Проведение анализа

Исходный раствор после отделения кальция (см. п. 4.2.3) помещают в стакан, упаривают до объема 100—200 см<sup>3</sup>, добавляют 2—3 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и 15 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> на 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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 хлор-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.

Т а б л и ц а 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 сульфосалицилатонами комплексное соединение, раствор которого в щелочной среде окрашен в желтый цвет. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре.

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

Нижний предел обнаружения составляет 0,004 %.

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

### 6.3. Проведение анализа

Объем исходного раствора из мерной колбы после отделения кремниевой кислоты (см. п. 3.3), содержащий 10—100 мкг железа, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 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 рН 4,5—4,6 комплексное соединение красного цвета. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре. Влияние железа устраняют добавлением аскорбиновой кислоты, влияние меди — добавлением тиомочевины.

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

Нижний предел обнаружения составляет 0,006 %.

### 7.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Весы технические.

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

Пипетки с делениями вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup>.

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

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Воронки стеклянные.

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

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

Алюминон, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>.

Основной стандартный раствор, 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 1 мг алюминия; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор; 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 10 мкг алюминия; готовят разделением основного стандартного раствора.

### 7.3. Проведение анализа

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

### 7.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 см<sup>3</sup> 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.

Т а б л и ц а 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. Сушность метода**

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

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

Нижний предел обнаружения составляет 0,02 %.

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

**8.3. Проведение анализа**

Объем исходного раствора из мерной колбы после отделения кремниевой кислоты (см. п. 3.3), содержащий 5—100 мкг меди, помещают в делительную воронку, добавляют 90—100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 5 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого аммония, 10 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 10 см<sup>3</sup> раствора аммиака, 10 см<sup>3</sup> раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 10 см<sup>3</sup> хлороформа. Содержимое воронки встряхивают в течение 2 мин. После отстаивания слой хлороформа сливают через фильтр в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> 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.

Т а б л и ц а 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.

Т а б л и ц а 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 см<sup>3</sup>.Пипетки с делениями вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup>.Мензурка вместимостью 50 и 1000 см<sup>3</sup>.

Воронки лабораторные диаметром 50—100 мм.

Фильтры ФОС по ГОСТ 12026—76.

Аммиак водный, разбавленный 1:1.

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

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

Медь серноокислая, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>.Тиомочевина, раствор с массовой концентрацией 80 г/дм<sup>3</sup>.Аммоний молибденовокислый, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Смесь для восстановления; готовят следующим образом: к 700 см<sup>3</sup> раствора тиомочевины добавляют 150 см<sup>3</sup> раствора серноокислой меди. Смесь выдерживают в течение 24 ч и фильтруют.

Основной стандартный раствор, 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 1 мг фосфора; готовят по ГОСТ 4212—76.

Рабочий стандартный раствор, 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 10,0 мкг фосфора; готовят разделением основного стандартного раствора.

**10.3. Проведение анализа**

Объем исходного раствора из мерной колбы после отделения кремниевой кислоты (см. п. 3.3), содержащий 20—100 мкг фосфора, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора железоаммонийных квасцов и нейтрализуют раствором аммиака до выпадения гидроксида железа, которую растворяют в соляной кислоте, добавляя ее по каплям. К полученному раствору добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и 10 см<sup>3</sup> смеси для восстановления. Через 2—3 мин в раствор вводят 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и по каплям при перемешивании 8 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

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

**10.4. Построение градуировочного графика**

В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 2, 4, 6, 8, 10 см<sup>3</sup> 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 накипи, 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.

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

## 11. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРБОНАТОВ

### 11.1. Метод с отгонкой двуокиси углерода

#### 11.1.1. Сущность метода

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

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

Нижний предел обнаружения составляет 0,45 %.

#### 11.1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Плитка электрическая.

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

Бутыли вместимостью 3—5 дм<sup>3</sup> с пробками.

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

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

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

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

0,1 моль/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 23 г гидроокиси бария помещают в бутылку, растворяют в 2,5 дм<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>; готовят из стандарт-титра.

Натрия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>; готовят следующим образом: 113 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси бария, добавляют 90—100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 3—5 капель фенолфталеина и титруют раствором щавелевой кислоты до исчезновения розовой окраски.

Поправочный коэффициент  $K$  вычисляют по формуле

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

где  $V$  — объем раствора щавелевой кислоты, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

#### 11.1.4. Проведение анализа

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

#### 11.1.5. Обработка результатов

11.1.5.1. Массовую долю карбонатов  $X$  в процентах вычисляют по формуле

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

где  $V_1$  — объем раствора гидроокиси бария, добавленный во все склянки, см<sup>3</sup>;

$K$  — поправочный коэффициент к раствору гидроокиси бария;

$V_2$  — суммарный объем раствора щавелевой кислоты, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,0030 — масса карбонатов, эквивалентная массе щавелевой кислоты в 1 см<sup>3</sup> раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> с пробками, со вставленными в них стеклянными трубками диаметром 3—5 мм, длиной 250 мм.

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

Натрия гидроксид, стандарт-титр.

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

Кислота соляная, стандарт-титр.

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

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

### 11.2.3. Проведение анализа

Массу накипи, содержащую 5—15 мг двуокси углерода, помещают в коническую колбу, добавляют 3—4 капли дистиллированной воды, 25 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

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

0,0030 — масса карбонатов, эквивалентная массе соляной кислоты в 1 см<sup>3</sup> раствора с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, 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.

Т а б л и ц а 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.