

## О Т Р А С Л Е В О Й   С Т А Н Д А Р Т

---

ЭЛЕКТРОЛИТЫ МЕДНЕНИЯ

Методики выполнения измерений

ОСТ 3-6443-88

содержаний компонентов

ОКСТУ 0009

---

Дата введения 01.09.89

Настоящий стандарт распространяется на электролиты меднения и устанавливает требования к выполнению измерений массовых концентраций компонентов, составляющих электролиты пирофосфатного и серно-кислого меднения.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования устанавливает ОСТ 3-6442-88

## 2. ЭЛЕКТРОЛИТ ПИРОФОСФАТНОГО МЕДНЕНИЯ

2.1. Состав электролита пирофосфатного меднения приведен в табл. I.

С.33

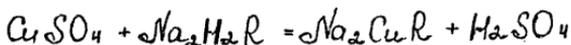
Таблица I

Наименование компонента	Массовая концентрация, г/дм <sup>3</sup>
Медь сернокислая 5-водная	30-50
Натрий пиррофосфорнокислый 10-водный	120-180
Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный	60-100

В процессе работы определяют массовые концентрации составляющих электролит компонентов и примеси железа.

2.2. Методика выполнения измерений концентрации сернокислой меди комплексометрическим методом

2.2.1. Метод основан на титровании меди раствором трилона Б в присутствии индиктора ПАН до перехода сиреневой окраски раствора в желто-зеленую.



Погрешность измерения в диапазоне 30,0-50,0 г/дм<sup>3</sup> составляет  $\pm 0,6$  г/дм<sup>3</sup>.

2.2.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Колбы мерные вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 1 дм<sup>3</sup>.

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

Весы аналитические.

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

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

Трилон Б, раствор молярной концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

ПАН, спиртовой раствор концентрацией 1г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический.

2.2.3. Требования к подготовке выполнений измерений.

2.2.3.1. Раствор трилона Б готовят одним из способов:

1) раствор готовят из стандарт-титра.

2) навеску трилона Б (ч.д.а. или х.ч.) массой 3,722 г помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в воде, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор, приготовленный таким образом, не требует стандартизации.

2.2.4. Требования к выполнению измерений.

2.2.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> электролита, доводят до метки водой, перемешивают. Отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> полученного раствора в коническую колбу, приливают 150-200 см<sup>3</sup> воды, нагревают до 70-80 °С, добавляют 5-6 капель индикатора ПАН и титруют раствором трилона Б до перехода сиреневой окраски в желто-зеленую.

2.2.5. Требования к вычислению результата измерений.

2.2.5.1. Массовую концентрацию серноокислой меди в г/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле (I)

$$C = \frac{V_1 \cdot 0,01248 \cdot 1000}{V} \quad (I)$$

где  $V_1$  - объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,01248 – массовая концентрация 0,05М раствора трилона Б, выраженная в г/см<sup>3</sup> сернокислой меди;

V – объем электролита, взятый на анализ, см<sup>3</sup>.

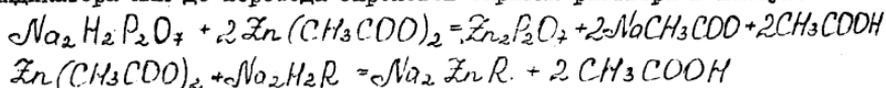
2.2.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.2.

Таблица 2

Массовая концентрация сернокислой меди, г/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение, г/дм <sup>3</sup>
От 30,0 до 50,0 включ.	1,0

2.3. М е т о д и к а      в ы п о л н е н и я      и з м е р е н и й  
м а с с о в о й      к о н ц е н т р а ц и и      п и р о ф о с ф о р -  
н о к с л о г о      н а т р и я      к о м п л е к с о н о м е т -  
р и ч е с к и м      м е т о д о м

2.3.1. Метод основан на осаждении пирофосфат-иона уксусно-кислым цинком с образованием осадка пирофосфата цинка. Избыток уксуснокислого цинка титруют раствором трилона Б в присутствии индикатора ПАН до перехода сиреневой окраски раствора в желтую.



Погрешность измерения в диапазоне 120–180 г/дм<sup>3</sup> составляет ±4 г/дм<sup>3</sup>.

2.3.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам  
Плитка электрическая.

Весы аналитические.

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

Колба мерная вместимостью 1 дм<sup>3</sup>.

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

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

Стаканы химические стеклянные вместимостью 800 см<sup>3</sup>.

Мензурка мерная вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Воронки стеклянные конические.

Фильтры бумажные "белая лента".

Кислота уксусная.

Цинк уксуснокислый, раствор концентрацией 0,2 моль/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный.

Аммоний хлористый.

Трилон Б, раствор молярной концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

ПАН, спиртовой раствор концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический.

2.3.3. Требования к подготовке выполнений измерений.

2.3.3.1. Для приготовления буферного раствора (рН 10) навеску хлористого аммония массой 70 г растворяют в 570 см<sup>3</sup> водного аммиака, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят водой до метки, перемешивают.

2.3.3.2. Раствор трилона Б готовят по п.2.4.3.1 настоящего стандарта.

2.3.3.3. Для установления соотношения объемов растворов трилона Б и уксуснокислого цинка отбирают пипеткой в коническую колбу 5 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого цинка, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды,

10 см<sup>3</sup> буферного раствора, 3-4 капли индикатора ПАН и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из сиреневой в желтую ( $V_1$ ).

#### 2.3.4. Требования к выполнению измерений.

2.3.4.1. В коническую колбу к раствору после определения меди приливают 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, 25 см<sup>3</sup> уксуснокислого цинка, при этом окраска раствора изменится от желто-зеленой до сиреневой. Раствор кипятят 3-5 мин., выдерживают в теплом месте 20-30 мин. и фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> через бумажный фильтр. Осадок промывают 4-5 раз водой, содержимое колбы доводят водой до метки и перемешивают. В коническую колбу отбирают пипеткой 50 см<sup>3</sup> полученного раствора, добавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора и титруют раствором трилона Б до перехода сиреневой окраски в желтую.

#### 2.3.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.3.5.1. Массовую концентрацию пирофосфорнокислого натрия в г/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле (2)

$$C = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,01115 \cdot 1000}{V}, \quad (2)$$

где  $V_1$  - объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование 5 см<sup>3</sup> уксуснокислого цинка, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - объем трилона Б, израсходованный на титрование аликвотной части электролита, см<sup>3</sup>;

0,01115 - массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см<sup>3</sup> пирофосфорнокислого натрия 10-водного;

$V$  - объем электролита, взятый на анализ, см<sup>3</sup>.

2.3.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений: не должно превышать значений, указанных в табл.3.

Таблица 3

Массовая концентрация гидрофосфорнокислого натрия, г/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение, г/дм <sup>3</sup>
От 120 до 180 включ.	8

2.4. Методика выполнения измерений массовой концентрации фосфорнокислого натрия двузамещенного комплексометрическим методом

2.4.1. Метод основан на осаждении фосфат-иона серноокислым магнием с образованием осадка двойной магниевой-аммонийной фосфорнокислой соли. Избыток серноокислого магния оттитровывают трилоном Б с индикатором ПАН.

Погрешность измерения в диапазоне 60-100 г/дм<sup>3</sup> составляет  $\pm 2$  г/дм<sup>3</sup>.

2.4.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Средства измерений, реактивы, растворы по п.2.2.2 настоящего стандарта.

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

Аммиак водный, раствор разбавленный 1:10.

Магний серноокислый 7-водный, раствор концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

Комплексонат меди, раствор концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

2.4.3. Требования к подготовке выполнений измерений.

2.4.3.1. Подготовку к выполнению измерений проводят по п.2.1.3 настоящего стандарта.

2.4.3.2. Для приготовления раствора комплексоната меди сливают равные объемы 0,1 М раствора трилона Б и 0,1 М раствора сернокислой меди.

2.4.3.3. Для установления соотношения объемов растворов трилона Б и сернокислого магния отбирают в коническую колбу пипеткой 25 см<sup>3</sup> раствора сернокислого магния, прибавляют 5 см<sup>3</sup> аммиака, 20 см<sup>3</sup> буферного раствора, 2-3 капли раствора комплексоната меди, 2-3 капли индикатора ПАН и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из сиреневой в желтую.

2.4.4. Требования к выполнению измерений.

2.4.4.1. В коническую колбу к раствору после определения пирофосфата натрия прибавляют 25 см<sup>3</sup> раствора сернокислого магния, нагревают до кипения и прибавляют постепенно при перемешивании 5 см<sup>3</sup> аммиака, выстаивают в течение 10-12 ч. Раствор с осадком фильтруют через бумажный фильтр "белая лента" в коническую колбу и промывают осадок на фильтре 3-4 раза раствором аммиака.

В коническую колбу с фильтратом и промывной жидкостью прибавляют 20 см<sup>3</sup> буферного раствора и титруют раствором трилона Б до перехода сиреневой окраски в желтую.

2.4.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.4.5.1. Массовую концентрацию фосфорнокислого <sup>натрия</sup> двузамещенного 12-водного в г/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле (3)

$$C = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,0179 \cdot 1000}{V}, \quad (3)$$

С.40

- где  $V_1$  - объем раствора трилона Б израсходованный на титрование чистого раствора сернокислого магния,  $\text{см}^3$ ;
- $V_2$  - объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование пробы,  $\text{см}^3$ ;
- 0,0179 - массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в  $\text{г}/\text{см}^3$  фосфорнокислого натрия двузамещенного 12-водного, в  $\text{г}/\text{см}^3$ ;
- $V$  - объем электролита, взятый на анализ,  $\text{см}^3$ .

2.4.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.4.

Таблица 4

Массовая концентрация фосфорнокислого натрия, $\text{г}/\text{дм}^3$	Допускаемое расхождение, $\text{г}/\text{дм}^3$
От 60 до 100 включ.	4

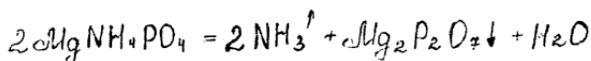
2.5. Методика выполнения измерений массовой концентрации фосфорнокислого натрия двузамещенного гравиметрическим методом

Погрешность измерения в диапазоне 60-100  $\text{г}/\text{дм}^3$  составляет  $\pm 3 \text{ г}/\text{дм}^3$ .

2.5.1. Метод основан на образовании осадка фосфорнокислого магния-аммония в результате взаимодействия двузамещенного фосфата натрия с ионами магния в присутствии аммиака.

С.41

Для понижения растворимости осадка  $MgNH_4PO_4$  и предотвращения потерь его вследствие гидролиза, осадок промывают слабым раствором аммиака. При прокаливании осадка образуется пирофосфат магния, исходя из массы которого делают пересчет на  $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ .



### 2.5.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Электропечь сопротивления лабораторная.

Весы аналитические.

Весы технические.

Тигли фарфоровые.

Мензурки мерные вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

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

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

Палочки стеклянные.

Воронки конические стеклянные.

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

Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента".

Аммиак водный, растворы разбавленные 1:3; 1:10.

Аммоний лимоннокислый, раствор концентрацией 500 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый.

Магний хлористый 6-водный.

Фенолфталеин, спиртовой раствор концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректифицированный технический.

### 2.5.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.5.3.1. Для приготовления раствора фенолфталеина навеску индикатора 0,5 г растворяют в смеси 70 см<sup>3</sup> этилового спирта и 30 см<sup>3</sup> воды.

2.5.3.2. Для приготовления магниальной смеси растворяют 100 г хлористого магния и 125 г хлористого аммония в 150 см<sup>3</sup> воды и добавляют 500 см<sup>3</sup> аммиака.

2.5.4. Требования к выполнению измерений.

2.5.4.1. В стакан отбирают пипеткой 5 см<sup>3</sup> электролита, добавляют 20–30 см<sup>3</sup> воды, 15 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого аммония, 2–3 капли раствора фенолфталеина, нейтрализуют раствором аммиака, разбавленного 1:3, по каплям до появления розовой окраски. Затем медленно, не перемешивая содержимое стакана, добавляют по стеклянной палочке 30 см<sup>3</sup> раствора магниальной смеси. Через 5 мин приливают 10 см<sup>3</sup> аммиака, энергично перемешивают палочкой и дают осадку скоагулировать в течение 15–18 ч. Раствор с осадком фильтруют через бумажный фильтр "синяя лента", помещенный в коническую воронку, и промывают осадок на фильтре 5–6 раз раствором аммиака, разбавленного 1:10. Фильтр с осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, высушивают на электрической печи и прокаливают до постоянной массы в муфельной печи при 800–900 °С.

2.5.5. Требования к вычислению результата измерений.

2.5.5.1. Массовую концентрацию фосфорнокислого натрия в г/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле (4)

$$C = \frac{m \cdot 3,218 \cdot 1000}{V}, \quad (4)$$

где  $m$  – масса прокаленного осадка  $Mg_2P_2O_7$ , г;  
3,218 – коэффициент пересчета с  $Mg_2P_2O_7$  на  $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$

$V$  – объем электролита, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

2.5.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.5.

Таблица 5

Массовая концентрация фосфорнокислого натрия, г/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение, г/дм <sup>3</sup>
От 60 до 100 включ.	6

2.6. Методика выполнения измерений массовой концентрации железа фотометрическим методом

2.6.1. Метод основан на образовании железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде комплекса желтого цвета и измерении оптической плотности при длине волны 420 нм.

Предварительно пирофосфат-ионы переводят в фосфат-ионы путем кипячения с азотной кислотой, затем железо осаждают аммиаком.

2.6.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Плитка электрическая.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Колбы мерные вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 1 дм<sup>3</sup>.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 150 и 300 см<sup>3</sup>.

Воронки стеклянные конические.

Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента".

Кислота соляная, разбавленная 1:1.

Кислота серная, разбавленная 1:5.

Кислота азотная.

Кислота сульфосалициловая 2-водная, раствор концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный, разбавленный 1:1.

Аммоний хлористый, раствор концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>.

Железо (карбонильное).

2.6.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

2.6.3.1. Для приготовления стандартного раствора концентрацией 0,1 г/дм<sup>3</sup> навеску железа массой 0,1000 г растворяют в 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают.

2.6.3.2. Построение градуировочного графика.

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают из бюретки 2,0; 3,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора железа, добавляют по 20 см<sup>3</sup> воды, по 5 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям раствора аммиака до появления желтой окраски, доводят до метки водой, перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре или на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 420 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к одновременно приготовленному "нулевому" раствору, содержащему все реактивы, за исключением стандартного раствора железа.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам железа строят градуировочный график.

2.6.4. Требования к выполнению измерений.

2.6.4.1. В коническую колбу отбирают пипеткой 5 см<sup>3</sup> электролита, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят 20 мин. Затем прибавляют 3 г хлористого аммония и аммиак до появления ярко-синей окраски раствора и выпадения осадка. Дают осадку

скоагулировать в течение 20-30 мин. Раствор с осадком фильтруют через бумажный фильтр, промывают 4-5 раз горячей водой. Осадок растворяют на фильтре 30-40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, обмывают фильтр 2-3 раза горячей водой. Фильтрат вместе с промывными водами собирают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой, перемешивают.

Отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и далее поступают, как описано в п.2.5.3.2 настоящего стандарта.

Массу железа в аликвотной части раствора находят по градуировочному графику.

2.6.5. Требования к вычислению результатов измерений.

2.6.5.1. Массовую концентрацию железа в г/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле (5)

$$C = \frac{m \cdot 1000}{V}, \quad (5)$$

где  $m$  - масса железа, найденная по градуировочному графику, г;  
 $V$  - объем электролита, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

2.6.5.2. Относительная ошибка измерения составляет 4%.

### 3. ЭЛЕКТРОЛИТ СЕРНОКИСЛОГО МЕДНЕНИЯ

3.1. Состав электролита сернокислого меднения приведен в табл.6.

Таблица 6

Наименование компонента	Массовая концентрация, г/дм <sup>3</sup>
Медь сернокислая 5-водная	150-250
Кислота серная	50-70

С.46

В процессе работы определяют массовые концентрации составляющих электролит компонентов и примеси железа.

3.2. Методика выполнения измерений массовой концентрации сернокислой меди комплексометрическим методом

3.2.1. Метод основан на прямом титровании меди раствором трилона Б в присутствии индикатора ПАН после отделения железа осаждением аммиаком. Погрешность измерения в диапазоне 150-250 г/дм<sup>3</sup> составляет  $\pm 5$  г/дм<sup>3</sup>.

3.2.2. Требования к средствам измерений, реактивам и растворам.

Средства измерений, реактивы, растворы по п.2.1.2 настоящего стандарта.

Кислота азотная, разбавленная 1:1.

Аммиак водный, разбавленный 1:1.

Аммоний хлористый.

Воронки стеклянные, конические.

Фильтры бумажные "синяя лента".

3.2.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

Подготовку к выполнению измерений проводят по п.2.1.3 настоящего стандарта.

3.2.4. Требования к выполнению измерений.

3.2.4.1. В коническую колбу отбирают пипеткой 5 см<sup>3</sup> электролита, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, 3-4 капли азотной кислоты и кипятят 3-5 мин. Затем прибавляют 3 г хлористого аммония и по каплям

аммиак до появления осадка. Дают осадку скоагулировать в течение 20-30 мин. Раствор с осадком фильтруют через бумажный фильтр и промывают 4-5 раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу, вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки, перемешивают.

Осадок гидроокиси железа на фильтре используют для определения содержания железа в электролите .

В коническую колбу отбирают пипеткой 20 см<sup>3</sup> полученного раствора, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, нагревают, добавляют 4-5 капель индикатора ПАН и титруют раствором трилона Б до перехода сиреневой окраски раствора в зеленую.

3.2.5. Требования к вычислению результатов измерений.

3.2.5.1. Массовую концентрацию сернокислой меди в г/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле (I) настоящего стандарта.

3.2.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.7.

Таблица 7

Массовая концентрация сернокислой меди, г/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение, г/дм <sup>3</sup>
От 150 до 250 включ.	3

3.3. Методика выполнения измерений массовой концентрации серной кислоты ацидиметрическим методом

3.3.1. Метод основан на титровании свободной серной кислоты раствором гидроокиси натрия в присутствии метилового оранжевого в качестве индикатора, или регистрируя значение рН 4,4 с помощью рН-метра.

С.48

Погрешность измерения в диапазоне 50–70 г/дм<sup>3</sup> составляет  $\pm 1$  г/дм<sup>3</sup>.

3.3.2. Требования к средствам измерений, реактивам, растворам.

Весы аналитические.

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

Колбы мерные вместимостью 100 см<sup>3</sup> и 1 дм<sup>3</sup>.

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

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

Хлоркальциевая трубка

Кислота соляная, раствор концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, готовят из фиксанада.

Натрия гидроксид, раствор концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Метилловый оранжевый, раствор концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>.

Фетолфталейн, спиртовой раствор концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>.

Бария оксид.

Спирт этиловый ректифицированный технический.

3.3.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

3.3.3.1. Раствор гидроксида натрия концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> стандарт-титра готовят из \_\_\_\_\_ или из навески с последующим установлением концентрации раствора.

Для этого в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают навеску гидроксида натрия массой 4 г, предварительно очищенной с поверхности от углекислого натрия путем обмывания водой и просушивания фильтровальной бумагой. Растворяют в 200 см<sup>3</sup> прокипяченной воды, раствор охлаждают, прибавляют 0,1 г окиси бария, доливают водой до метки, перемешивают и отстаивают в течение 8–10 дней. Отстоявшийся

раствор сливают через сифон в склянку, защищенную от доступа углекислого газа и воздуха с помощью хлоркальциевой трубки.

Для установления концентрации раствора гидроокиси натрия в две конические колбы помещают по 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, приготовленного из стандарт-титра, и титруют раствором гидроокиси натрия одну пробу с метиловым оранжевым (2-3 капли) до перехода окраски из розовой в желтую, другую пробу с фенолфталеином (2-3 капли индикатора) до появления малиновой окраски.

Расхождение между результатами титрования с двумя указанными индикаторами не должно превышать 0,2 см<sup>3</sup>.

В случае больших расхождений повторяют очистку раствора, прибавляя 0,05 г окиси бария.

Массовую концентрацию раствора гидроокиси натрия в г/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле (6)

$$C = \frac{20 \cdot 0,1 \cdot 40,00}{V} = \frac{80}{V}, \quad (6)$$

где 20 - объем раствора соляной кислоты, взятый на титрование, см<sup>3</sup>;

0,1 - молярная концентрация раствора соляной кислоты, г/дм<sup>3</sup>;

40,00 - молярная масса молекулы гидроокиси натрия, г/моль;

V - средний объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование соляной кислоты с метиловым оранжевым и фенолфталеином, см<sup>3</sup>.

## 3.3.4. Требования к выполнению измерений.

3.3.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> электролита, доводят водой до метки, перемешивают. Отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> полученного раствора в коническую колбу, прибавляют 70-100 см<sup>3</sup> воды, 2-3 капли метилового оранжевого и титруют раствором гидроксида натрия до перехода розовой окраски в лимонно-желтую и начала появления муты, или регистрируя значение pH 4,4 с помощью pH-метра.

## 3.3.5. Требования к вычислению результатов измерений.

3.3.5.1. Массовую концентрацию серной кислоты в г/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле (7)

$$C = \frac{V_1 \cdot 0,00490 \cdot K \cdot 1000}{V}, \quad (7)$$

где  $V_1$  - объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,00490 - массовая концентрация 0,1 М раствора гидроксида натрия, выраженная в г/см<sup>3</sup> серной кислоты;

$K$  - коэффициент отклонения молярной концентрации гидроксида натрия от 0,1 моль/дм<sup>3</sup>

$V$  - объем электролита, взятый на анализ, см<sup>3</sup>.

3.3.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.8.

Таблица 8

Массовая концентрация серной кислоты, г/дм <sup>3</sup>	Допускаемое расхождение, г/дм <sup>3</sup>
От 50 до 70 включ.	2

3.4. Методика выполнения измерений массовой концентрации железа фотометрическим методом

3.4.1. Массовую концентрацию железа определяют по п.2.6 настоящего стандарта, после растворения осадка гидроксиды железа, полученного по п.3.2.4.1 настоящего стандарта.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН 05.12.88 И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Министерством
2. СОГЛАСОВАН ЦГОС 18.11.88 (ПРИКАЗ ЦГОС от 14.02.89 № 3гсп.)  
ЦК Профсоюза 27.10.88
3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН  
за № от 1989 г.
4. Срок первой проверки  
периодичность проверки
5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ