

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

---

ЭЛЕКТРОЛИТЫ МЕДНЕНИЯ

Методики выполнения измерений  
содержаний компонентов  
ОКСТУ 0009

ОСТ 3-6443-88

---

Дата введения 01.09.89

Настоящий стандарт распространяется на электролиты меднения и устанавливает требования к выполнению измерений массовых концентраций компонентов, составляющих электролиты пирофосфатного и сернокислого 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

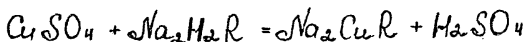
Таблица I

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 индикатора 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 (1)

$$C = \frac{V_1 \cdot 0,01248 \cdot 1000}{V} \quad , \quad (1)$$

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>.

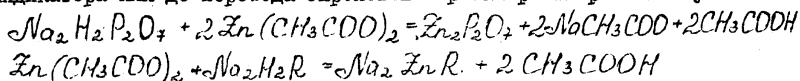
2.2.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать значений, указанных в табл.2.

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 и 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 уксуснокислым 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.2.2.3.1 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 пиррофосфорнокислого 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> пиррофосфорнокислого 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)

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



- 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  $\text{г/см}^3$  фосфорнокислого натрия двузамещенного 12-водного, в  $\text{г/см}^3$ ;
- $V$  - 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, $\text{г/дм}^3$	Допускаемое расхождение, $\text{г/дм}^3$
От 60 до 100 включ.	4

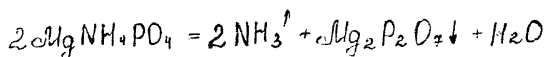
2.5. Методика выполнения измерений массовой концентрации фосфорнокислого натрия двузамещенного гравиметрическим методом

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

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 ректификованный 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 магнизиальной 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 магнизиальной 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 pH 4,4 с помощью pH-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 гидроокись, раствор концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

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

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

Бария окись.

Спирт этиловый ректификованный технический.

3.3.3. Требования к подготовке выполнения измерений.

3.3.3.1. Раствор гидроокиси 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 гидроокиси 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 мути, 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 гидроокиси 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 № 39сл.)  
ЦК Профсоюза 27.10.88
3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН  
за № от 1989 г.
4. Срок первой проверки  
периодичность проверки
5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ