**МОНГОЛ УЛСЫН СТАНДАРТ**

**Ангилалтын код: 91.100.10**

|  |  |
| --- | --- |
| **Цементийн химийн шинжилгээний аргачлал** | **MNS GB/T 0176 : 2019** |
|  | **GB/T 0176 : 2008** |

Стандарт, хэмжил зүйн газрын даргын 2019 оны .. дугаар сарын ..-ний өдрийн … дүгээр тушаалаар батлав.

Энэ стандарт нь 2019 оны … дугаар сарын ….-ны өдрөөс эхлэн хүчинтэй.

1. **Хэрэглэх хүрээ**

Энэ стандартаар цементийн химийн шинжилгээ болон X-ray флуоресценцийн шинжилгээг тодорхойлсон болно. Энэ материалд харьцуулах аргууд болон тодорхой тохиолдлуудад хэрэглэх түүнтэй ижил сонгомол аргыг тодорхойлсон. Хэлэлцүүлгийн дүнд зөвхөн харьцуулах аргуудыг хэрэглэхээр болсон. Энэ аргыг гол төлөв цемент дээр хэрэглэх боловч түүнийг бүрэлдүүлэгч материалууд дээр мөн ашиглаж болно. Цементийг бүрдүүлэгч материалууд нь мөн өөр материалын найрлаганд орж болох учир тэдгээр материалуудад энэ стандартыг хэрэглэж болно.

**2 Норматив ишлэл**

Дараах материалуудаас хэсэгчлэн болон бүтнээр нь ишлэл авсан бөгөөд эдгээр нь энэ аргын хэрэглээнд чухал шаардлагатай юм. Хугацаатай ишлэлүүдийг зөвхөн дурьдсан хэвлэлээс авсан ба хугацаагүй ишлэлүүдийг иш татсан материалуудын хамгийн сүүлийн дугаараас авсан ба бүх нэмэлт өөрчлөлтүүд багтсан болно.

GB/T 6682 Шинжилгээний лабораторид хэрэглэх усны шаардлага болон туршилтын аргууд (GB/T 6682-2008, ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 12573 Цементийн дээж авах аргачлал

GB/T 15000 Харьцуулах материалуудын ажлын удирдамж (бүх)

GBW 03201 Портланд цементийн найрлагын шинжилгээний стандарт материал

GBW 03204 Цементэн лавын (хатуу цемент) найрлагын шинжилгээний стандарт материал

GBW 03205 Нийтлэг портланд цементийн шинжилгээний стандарт материал

GSB 08-1355 Хатуу цементийн найрлагын шинжилгээний стандарт дээж

GSB 08-1356 Нийтлэг портланд цементийн шинжилгээний стандарт дээж

GSB 08-1357 Портланд цементийн найрлагын шинжилгээний стандарт дээж

JC/T 1085 Цементийн X-ray флуоресценцийн анализатор

JJG 1006 Анхдагч стандарт бодис

1. **Нэр томъёо ба тодорхойлолтууд**
	1. Давтагдах чанарын нөхцөлүүд

Богино хугацаанд нэг ижил объектыг нэг лабораторид ижил тоног төхөөрөмжөөр, ижил аргаар нэг шинжээч туршилт хийхэд туршилтын нөхцөл (үр дүн) ижил байхыг хэлнэ.

* 1. Дахин хэрэглэгдэх нөхцөлүүд

Өөр өөр лабораторид өөр шинжээчид өөр өөр тоног төхөөрөмж ашиглан ижил аргаар ижил дээжийг шинжилэхэд шинжилгээний нөхцөл (үр дүн) ижил байхыг хэлнэ.

* 1. Давтацын хязгаар

Давтагдах чанарын нөхцөлд хоёр туршилтын абсолют зөрүүний магадлал 95%-тай тэнцүү буюу түүнээс багагүй байх тоон утга.

* 1. Дахин хэрэглэгдэх хязгаар

Дахин хэрэглэгдэх нөхцөлд хоёр туршилтын абсолют зөрүүний магадлал 95%-тай тэнцүү буюу түүнээс багагүй байх тоон утга.

* 1. Калибровкийн материал

Багажийн илрүүлсэн химийн бүрдүүлэгч хэсгүүдийн болон түүний массын хэсгийн хамаарлаас бодит тоон утгуудыг гаргахын тулд багажийг шалгахад хэрэглэгдэх багц дээжнүүд.

* 1. X-ray флуоресценцийн шинжилгээний атестатчилагдсан стандарт загвар

X-ray флуоресценц анализатор болон химийн компонент тодорхойлох багажнуудад тохиргоо хийхэд ашигладаг үндэсний стандарт дээжүүд.

* 1. Хөөсөнцөр (bead)

Дээжийг хайлуулагчтай хольж, тусгай хэвэнд цутгахад хөөсөнцөр нь гөлгөр гадаргуутай ба ил ан цавгүй байх бөгөөд тодорхой хөргөлтийн температурт хөргөгдөнө.

* 1. Чийгний эсрэг бодис

Хагаралтаас хамгаалах материал бөгөөд шил хайлуулах давхаргад хялбархан зайлуулагддаг.

* 1. Шахмал

Тодорхой ширхэглэлтэй нунтагаар хийсэн тодорхой нягтралтай, ил ан цавгүй гөлгөр гадаргуутай хөөсөнцөр.

3.10 Холбох бодис

Хэмжих элементийн агуулга болон абсорбцид нөлөөлөхгүйгээр дээжийг өндөр температурт барьцалдуулах үүрэгтэй бодис.

1. **Туршилтын ерөнхий нөхцөл (шаардлага)**
	1. Шаардлагатай туршилтын тоо

Тодорхойлолт бүрт туршилтыг 2 удаа явуулна. Хоёр туршилтын дундажаар үр дүнг тооцно. Бүтээгдэхүүн хяналтын шинжилгээнд, хэмжилт бүрийн давтамж нь нэг удаа байна. Дурьдаагүй бол шатаалтын хорогдлыг мөн давхар тодорхойлно. Бусад туршилтуудад хоосон туршилт давхар хийх ба үр дүнгээс хоосон туршилтын үр дүнг хасаж тооцно.

* 1. Масс, эзэлхүүн, титр болон үр дүнгийн илэрхийлэл

Массыг 0.0001г-ын нарийвчлалтайгаар граммаар, эзэлхүүнийг 0.05 мл-ийн нарийвчлалтайгаар миллилитрээр, титрийг мг/мл-ээр илэрхийлнэ.

Хлорын титрийг шалгасаны дараа 3 найдвартай үр дүнгээр тогтооно. Бусад титр болон эзэлхүүний харьцааг 4 утгаар тогтооно. Дурьдаагүй бол бүх үр дүнг массын хэсгээр гаргана. Хлорын ионы шинжилгээний үр дүнг процентоор илэрхийлж, таслалаас хойш гурван оронг авна. Бусад шинжилгээний үр дүнг мөн процентоор илэрхийлж, таслалаас хойш хоёр оронг авна.

* 1. Хоосон дээжний тодорхойлолт

Ижил процессоор ижил хэмжээний урвалж хэрэглэж дээжгүйгээр хоосон туршилт явуулна. Хоосон шинжилгээний үр дүнг гаргаж авсан шинжилгээний үр дүнгээс хасаж тооцно.

* 1. Шатаалт

Урьдчилан шатааж, жинг нь тогтворжуулсан тигельд шүүлтүүрийн цаастай тунадасыг хийнэ. Тунадасыг бүрэн шатаахын тулд исэлдэлтийн орчинд удаанаар үнслэгжүүлнэ. Тигельтэй тунадасыг өндөр температурын зууханд (6.7) тогтмол температурт шатаагаад тасалгааны температуртай болтол эксикатор(6.5) дотор хөргөнө. Дараа нь тигельтэй тунадасыг жинлэнэ.

* 1. Тогтмол массын тодорхойлолт

Масс тогтворжсон эсэхийг 15 минут тутамд шатаалт явуулж хөргөөд жигнэж шалгана. Дараалсан хоёр жинлэлтийн зөрүү 0.0005г-аас бага үед жин тогтворжсон гэж үзнэ.

* 1. Хлорын ион байгаа эсэхийг шалгах (мөнгөний нитратын туршилт)

Тунадасыг 5-6 удаа угаасны дараа фильтрийг хэдэн дусал усаар зайлна. Фильтрийн цаасыг хэдэн миллилитр усаар угааж, хуруу шилэнд цуглуулж авна. Түүн дээр хэдэн дусал мөнгөний нитратын уусмал (5.35) нэмж, уусмалд булингар эсвэл тунадас үүссэн эсэхийг шалгана. Хэрэв үүсч байвал мөнгөний нитратын туршилтыг сөрөг гарах хүртэл угаана.

* 1. Аргын баталгаажуулалт

Энэхүү стандарт дахь аргын нарийвчлалыг үндэсний стандарт дээж/ харьцуулах материал ( GSB08-1355, GSB 08-1357, GBW03201, GBW03204, GBW03205 гэх мэт) ашиглаж шалгасан.

1. **Урвалж болон материалууд**

Өөрөөр тэмдэглээгүй бол урвалжууд нь шинжилгээний зориулалттай ба баталгаатай урвалжууд байна. Шинжилгээнд хэрэглэх ус нь GB/T 6682 стандартад заасан усны шаардлагын ангиллын 3-р түвшингээс багагүй байна.

Концентрацитай шингэн урвалжуудын нягт нь 20 г/см3 байна. Химийн шинжилгээний концентрацигүй хүчил болон аммиакыг худалдааны концентрацитай хүчил, аммиакаас бэлдэнэ. Урвалжуудын шингэрүүлэлтийн зэрэг нь эзэлхүүний харьцаагаар илэрхийлэгдэнэ, жишээлбэл, давсны хүчил (1+2) гэдэг нь 1 эзэлхүүн давсны хүчлийг 2 эзэлхүүн усан фазтай холисон гэсэн үг.

* 1. **Давсны хүчил (HCl)**

1.18 г/см3-1.19 г/см3, массын хэсэг нь 36%-38%.

**5.2 Хайлуур хүчил (HF)**

1.15 г/см3-1.18 г/см3, массын хэсэг нь 40%.

**5.3 Азотын хүчил (HNO3)**

1.39 г/см3-1.41 г/см3, массын хэсэг нь 65%-68%.

**5.4 Хүхрийн хүчил (H2SO4)**

1.84 г/см3, массын хэсэг нь 95%-98%.

**5.5 Хлорын хүчил (HClO4)**

1.60 г/см3, массын хэсэг нь 70%-72%.

**5.6 Цууны хүчил (CH3COOH)**

1.05 г/см3, массын хэсэг нь 99.8%.

**5.7 Фосфорын хүчил (H3PO4)**

1.68 г/см3, массын хэсэг нь 85%.

**5.8 Метаны хүчил (HCOOH)**

1.22 г/см3, массын хэсэг нь 88%.

**5.9 Устөрөгчийн хэтоксид (H2O2)**

1.11г/см3, массын хэсэг нь 30%.

**5.10 Аммиакын ус (NH3∙H2O)**

0.90 г/см3-0.91 г/см3, массын хэсэг нь 25%-28%.

**5.11 Триэтаноламин [N(CH2CH2OH)3]**

1.12 г/см3, массын хэсэг нь 98%-иас багагүй.

**5.12 Этанол буюу цэвэр этанол (C2H5OH)**

Этанолын эзэлхүүний хэсэг нь 95%, цэвэр этанолын эзэлхүүний хэсэг нь 99.5%-иас багагүй байна.

**5.13 Глицерин [C3H5(OH)3]**

Эзэлхүүний хэсэг нь 99%-иас багагүй байна.

**5.14 Гликол (HOCH2CH2OH)**

Эзэлхүүний хэсэг нь 99%.

**5.15 Бромын ус (Br2)**

Массын хэсэг нь 3%-иас багагүй.

**5.16 Давсны хүчил** (1+1), (1+2), (1+3), (1+5), (1+10), (3+97)

**5.17 Азотын хүчил** (1+2), (1+9), (1+100).

**5.18 Хүхрийн хүчил** (1+1), (1+2), (1+4), (1+9), (5+95).

**5.19 Фосфорын хүчил (1+1).**

**5.20 Цууны хүчил (1+1).**

**5.21 Метаны хүчил (1+1).**

**5.22 Аммиакын ус** (1+1), (1+2).

**5.23 Этанол** (1+4).

**5.24 Триэтаноламин** (1+2).

**5.25 Натрийн гидроксид** (NaOH).

**5.26 Усгүй натрийн карбонат** (Na2CO3)

Усгүй натрийн карбонат нь нунтаг бөгөөд битүүмжилсэн саванд хадгална.

**5.27 Аммонийн хлорид** (NH4Cl)

**5.28 Калийн пиросульфат** (K2S2O7)

Арилжааны калийн пиросульфат нь ямар нэгэн бөмбөлөг үүсгэхгүйгээр хайлуулж шаазан тавган хэлбэрт оруулсан байдаг ба хөргөж хагалаад битүүмжилсэн саванд хадгалдаг.

**5.29 Натрийн карбонат ба бурагийн хольц** (2+1)

2 нэгж масстай натрийн карбонатыг (Na2CO3) 1 нэгж масстай буратай (Na2B4O7) холиод, холимогийг битүүмжилсэн саванд хадгална.

**5.30 Натрийн периодат** (KIO4).

**5.31 Натрийн гидроксидын уусмал** (10 г/л)

10 г натрийн гидроксидыг усанд уусгаж 1 литр хэмжээтэй болгоно. Полиэтилен саванд хадгална.

**5.32 Натрийн гидроксидын уусмал** (200 г/л)

200 г натрийн гидроксидыг усанд уусгаж 1 литр хэмжээтэй болгоно. Полиэтилен саванд хадгална.

**5.33 Калийн гидроксидын уусмал** (200 г/л)

200 г калийн гидроксидыг усанд уусгаж 1 литр хэмжээтэй болтол усаар шингэлнэ. Полиэтилен саванд хадгална.

**5.34 Барийн хлоридын уусмал** (100 г/л)

100 г барийн хлорид (BaCl2∙2H2O)-г усанд уусгаж 1 литр болтол усаар шингэлнэ.

**5.35 Мөнгөнийн нитратын уусмал (**5 г/л)

0.5 г мөнгөний нитрат (AgNO3)-г усанд уусгаж, 1 мл азотын хүчил нэмээд 100 мл усаар шингэлээд бор шилэн саванд хадгална.

**5.36 Аммонийн нитратын уусмал** (20г/л)

100 г аммонийн нитрат (NH4NO3)-г усанд уусгаж 100 мл болтол усаар шингэлнэ.

**5.37 Аммонийн молибдатын уусмал** (50 г/л)

5 г аммонийн молибдат [(NH4)6Mo7O24∙4H2O]-ыг халуун усанд уусгаад хөрсөний дараа 100 мл болтол усаар шингэлнэ. Уусмалыг бор шилэн саванд хадгална.

**5.38 Аммонийн молибдатын уусмал** (15 г/л)

3 г аммонийн молибдат [(NH4)6Mo7O24∙4H2O]-ыг халуун усанд уусгаад, 60 мл хүхрийн хүчил (1+1) нэмж жигд хутгана. Уусмалыг хөрсний дараа 200 мл болтол усаар шингэлж, полиэтилен саванд хадгална. Шаардлагтай бол шүүж хэрэглэнэ. Уусмалыг бэлдсэнээс хойш 7 хоногийн дотор хэрэглэнэ.

**5.39 Аскорбины хүчлийн уусмал** (50г/л)

5 г аскорбины хүчлийг 100 мл усанд уусгаад, шаардлагатай бол шүүж хэрэглэнэ. Бэлдсэний дараа 1 хоногийн дотор хэрэглэнэ.

**5.40 Аскорбины хүчлийн уусмал** (5г/л)

0.5 г аскорбины хүчлийг 100 мл усанд уусгаад, шаардлагатай бол шүүж хэрэглэнэ. Бэлдсэний дараа 1 хоногийн дотор хэрэглэнэ.

**5.41 Диантипирилметаны уусмал** (30 г/л давсны хүчлийн уусмал)

3 г диантипирилметан (C23H24N4O2)-г 100 мл (1+10) давсны хүчилд уусгаад, шаардлагатай бол шүүж хэрэглэнэ.

**5.42 Аммонийн оксалатын уусмал** (50 г/л)

50г аммонийн оксалат [(NH4)2CO3]-г 1 литр усанд уусгаад, шаардлагтай бол шүүж хэрэглэнэ.

**5.43 Аммонийн карбонатын уусмал** (100 г/л)

10 г аммонийн карбонатыг [(NH4)2CO3] 100 мл усанд уусгана. 1 хоногийн дотор хэрэглэнэ.

**5.44 pH 3.0 буфер уусмал**

3.2 г усгүй натрийн ацетатыг усанд уусгаад, 120 мл мөсөн цууны хүчил нэмж, 1 литр болтол усаар шингэлнэ.

**5.45 pH 4.3 буфер уусмал**

42.3 г усгүй натрийн ацетатыг усанд уусгаад, 80 мл мөсөн цууны хүчил нэмж, 1 литр болтол усаар шингэлнэ.

**5.46 pH 10 буфер уусмал**

67.5 г аммонийн хлоридыг усанд уусгаад, 570 мл аммиакын ус нэмж, 1 литр болтол усаар шингэлнэ.

**5.47 Кали натрийн тартратын уусмал** (100 г/л)

10г кали натрийн тартратыг (C4H4KNaO6∙4H2O) усанд уусгаад 100 мл хүртэл усаар шингэлнэ.

**5.48 Стронцийн хлоридын уусмал** (50 г/л)

152.2 г стронцийн хлорид (SrCl2∙6H2O)-г 1 литр усанд уусгаад, шаардлагатай бол шүүж хэрэглэнэ.

**5.49 Калийн хлорид** (KCl)

Жижиг хэсгүүд бүхэллэг байвал нунтаглаж хэрэглэнэ.

**5.50 Калийн хлоридын уусмал** (50г/л)

50 г калийн хлоридыг усанд уусгаад 1 литр болтол усаар шингэлнэ.

**5.51 Калийн хлорид ба этанолын уусмал** (50г/л)

5 г калийн хлоридыг 50 мл усанд уусгаж, 50 мл этанол нэмээд жигд хутгана.

**5.52 Калийн фторидын уусмал** (150 г/л)

150 г калийн фторид (KF∙2H2O)-г хуванцар стаканд уусгаад 1 литр хүртэл усаар шингэлнэ. Полиэтилен саванд хадгална.

**5.53 Калийн фторидын уусмал** (20 г/л)

20 г калийн фторид (KF∙2H2O)-г уусгаад 1 литр хүртэл усаар шингэлнэ. Полиэтилен саванд хадгална.

**5.54 Фенантролины уусмал** (10г/л цууны хүчлийн уусмал)

1 г фенантролин (C12H8N2∙2H2O)-г 100 мл (1+1) цууны хүчилд уусгана. 1 хоногийн дотор хэрэглэнэ.

**5.55 Аммонийн ацетатын уусмал** (100г/л)

10г аммонийн ацетат (CH3COONH4)-г 100 мл усанд уусгана.

**5.56 Давсны хүчлийн гидроксиламин** (NH2OH∙HCl).

**5.57 Цагаантугалганы хлорид** (SnCl2∙2H2O)

**5.58 Цагаантугалганы хлорид-фосфатын**

1000 мл фосфорын хүчлийг татах шүүгээний доор плиткан дээр халааж усгүйжүүлнэ. Уусмалын эзэлхүүг 850-950 мл болоход халаалтаа зогсооно. Уусмалын температур 100 оС-ээс бага болмогц 100г цагаантугалганы хлорид нэмнэ. Уусмалыг тунгалаг болж том бөмбөлөг үүсэхгүй болтол халаана.

**5.59 Цайрын сульфатын аммиакан уусмал** (100г/л)

100 г цайрын сульфатыг (ZnSO4∙7H2O)-г усанд уусгаж, 700 мл аммиак нэмээд 1 литр хүртэл усаар шингэлнэ. Бэлдсэнээс 24 цагийн дараа хэрэглэнэ. Шаардлагатай бол шүүнэ.

**5.60 Желатины уусмал** (5 г/л)

0.5 г желатиныг 70-80 оС температуртай 100 мл усанд уусгана. 1 өдрийн дотор хэрэглэнэ.

**5.61** H 732 төрлийн хүчтэй хүчлийн катион солилцооны стирол резин

250 г хүчтэй хүчлийн ион солилцооны резин 732 –г 250 мл этанолд 12 цагаас дээш хугацаагаар дэвтээнэ. Дараа нь этанолыг асгаад 6-8 цаг усанд дэвтээнэ. Резинийг ион солилцооны баганад хийж 1500 мл (1+3) давсны хүчлээр 5мл/мин хурдтайгаар угаана. Баганан дахь урсгалд хлорын ион байхгүй болтол резинийг усаар угаана. Резинийг асгаж х brucell юүлүүрээр шүүнэ. Өргөн амсартай шилэнд хадгална (резинийг олон удаа хэрэглэсний дараа усаар угаана)

Ашигласан резинийг шингэрүүлсэн давсны хүчилд дэвтээнэ. Тодорхой хугацааны дараа уусдаггүй үлдэгдлийг зайлуулж, дээрх аргаар дахин бэлдэнэ.

**5.62 Барийн хроматын уусмал** (10г/л)

10г барийн хроматыг (BaCrO4) 1000 мл-ийн стаканд жинлэж аваад 700 мл ус нэмээд хутгах явцдаа удаанаар (1+1) давсны хүчил нэмнэ. Уусмалыг халааж барийн хроматыг уусгаад, өрөөний температуртай болтол хөргөж мейерний колбонд юүлээд хэмжээс хүртэл метклэнэ.

**5.63 Ванадийн тавч оксид** (V2O5)

**5.64 Электролит**

6г калийн иодид, 6г калийн бромидыг 300 мл усанд уусгаад 10 мл мөсөн цууны хүчил нэмнэ. 1 литр хүртэл нэрмэл усаар шингэлнэ.

**5.65 Азотын хүчлийн уусмал** (0.5 моль/л)

3 мл азотын хүчил авч 1000 мл болтол усаар шингэлнэ.

**5.66 Натрийн гидроксидын уусмал** (0.5 моль/л)

2г натрийн оксидыг 100 мл усанд уусгана.

**5.67 Нийт ионы хүчтэй холбоотой** pH=6 буффер уусмал

294.1 г натрийн цитрат (C6H5Na3O7∙2H2O)-г усанд уусгаж, (1+1) давсны хүчил болон натрийн гидроксидоор уусмалын pH-г 6 болгож тохируулна.

**5.68 Натрийн гидроксид-этанолын уусмал** (0.1 моль/л)

0.4 г натрийн гидроксидыг 100 мл усгүй этанолд уусгана.

**5.69 Глицерин-усгүй этанолын уусмал** (1+2)

500 мл глицерин, 1000 мл усгүй этанол дээр 0.1 г фенолфталейн нэмээд холино. Натрийн гидроксид-усгүй этанолын уусмалыг уусмал улбар өнгөтэй болтол дуслаар нэмнэ. Чийг шингээхээс сэргийлж хуурай, битүү саванд хадгална.

**5.70 Этилен гликоль-усгүй этанолын уусмал** (2+1)

1000 мл гликоль, 500 мл усгүй этанол дээр 0.2г фенолфталейн нэмж хутгана. Натрийн гидроксид-усгүй этанолын уусмалаар улбар өнгөтэй болгоно. Чийг шингээхээс сэргийлж хуурай, битүү саванд хадгална.

**5.71 Стронцийн нитрат** [Sr(NO3)2]

**5.72 Мөнгөний нитратын стандарт уусмал** (0.5 моль/л)

150±5оС температурт 2 цаг хатаасан мөнгөний нитратаас 0.0001г-ийн нарийвчлалтайгаар 8.4940г-ыг жинлэж авч усанд уусгаад, 1000 мл-ийн мейерний колбонд юүлж усаар метклэнэ. Уусмалыг гэрэл тусахаас сэргийлж бор шилэнд хадгална.

**5.73 Аммонийн цианат сульфатын стандарт уусмал** [c(NH4SCN)=0.05 моль/л]

3.8 г аммонийн цианат сульфатыг усанд уусгаж 1000 мл хүртэл усаар шингэлнэ.

**5.74 Цахиурын диоксидын стандарт уусмал** (SiO2)

**5.74.1 Бэлтгэх**

1000-1100 оС температурт 60 минут хатаасан цахиурын диоксид (химийн цэвэр)-оос 0.2000 граммыг мөнгөн тигельд 0.0001 нарийвчлалтайгаар жинлэж авна. Дээр нь 2г усгүй натрийн карбонат намээд жигд холихын тулд хутгаад 950-1000 оС температурт 15 минут шатаана. Тигелийг хөргөсний дараа ойролцоогоор 100 мл буцалсан халуун устай хуванцар стаканд хийнэ. Тигель дэх хайлш бүрэн уусч, тасалгааны температуртай болтол хөрсний дараа 1000 мл-ийн мейерний колбонд юүлнэ. Колбоны зураас хүртэл усаар метклээд сайтар хутгана. Энэ стандарт уусмал нь 1 миллилитрт 0.2мг цахиурын диоксид агуулна. 500 мл-ийн мейерний колбонд стандарт уусмалаас 50 мл-ийг таслан авч усаар метклээд сайтар хутгана. Энэ уусмал нь 1 миллилитрт 0.02 г цахиурын диоксид агуулах ба уусмалыг полиэтилен саванд хадгална.

**5.74.2 Калибровкийн муруй байгуулах**

100 млийн хэмжээст колбонуудад 0.02 мг/мл концентрацитай стандарт уусмалаас 0мл, 2мл, 4мл, 5мл, 6мл, 8мл,10мл-ийг таслаж аваад тус бүр дээр ойролцоогоор 40мл ус, 5 мл (1+10) давсны хүчил, 8 мл этанол, 6 мл аммонийн молибдат нэмээд сайтар сэгсэрнэ. 30 минут хөдөлгөөнгүй байлгаад, 20 мл (1+1) давсны хүчил, 5мл аскорбины хүчлийн уусмал нэмээд хэмжээс хүртэл усаар дүүргээд сэгсэрнэ. Уусмалыг 60 минут хөдөлгөөнгүй байлгасны дараа фотометр дээр 660нм долгионы уртад 10мм-ийн кюветэнд шингээлтийг нэрмэл устай харьцуулж хэмжинэ. Гарсан үр дүнгээр стандарт уусмалуудын шингээлтийн калибровкийн муруй байгуулна.

**5.75 Магнийн оксидын стандарт уусмал** (MgO)

**5.75.1 Бэлтгэх**

250мл-ийн стаканд 950±25оС-т 60 минут хатаасан магнийн оксид (химийн цэвэр эсвэл стандарт урвалж)-оос 0.0001г нарийвчлалтайгаар 1.0000 граммыг жинлэж авна. 50 мл ус нэмээд дээр нь 20 мл (1+1) давсны хүчил удаанаар нэмнэ. Бодисыг бүрэн уустал бага температурт халаана. Дараа нь уусмалыг хөргөөд, 1000 мл-ийн хэмжээст колбонд юүлж усаар метклэнэ. Энэ стандарт уусмал нь 1 миллилитрт 1 мг магнийн диоксид агуулна. Энэхүү стандарт уусмалаас 500 миллилитрийн хэмжээст колбонд 25 мл-ийг таслан авч усаар метклэнэ. Энэ уусмал нь 0.05 мг/мл магнийн оксидын агуулгатай байна.

**5.75.2 Калибровкийн муруй байгуулах**

0.05 мг/мл концентрацитай стандарт уусмалаас 500мл-ийн хэмжээст колбонд 0мл, 2мл, 4мл, 6мл, 8мл, 10мл, 12мл-ийг авч дээр нь 30 мл давсны хүчил болон 10 мл стронцийн хлорид (5.48) нэмээд хэмжээс хүртэл усаар дүүргэнэ. Ажлын оптимум нөхцлийг тохируулсан атом шингээлтийн спектрометр дээр агаар-ацетилений дөлөнд магнийн хөндий ламп ашиглан 285.2 нм-ийн долгионы уртад шингээлтийг хэмжинэ (усаар тэглэнэ). Калибровкийн уусмалын шингээлтүүдээр калибровкийн муруй байгуулна.

**5.76 Титаны диоксидын стандарт уусмал** (TiO2)

**5.76.1 Бэлтгэх**

Цагаан алтан тигельд 950±25оС-т 60 минут шатаасан титаны диоксидоос 1.0000 граммыг 0.0001г-ын нарийвчлалтайгаар жинлэж авна. Дээр нь 2 грам калийн пиросульфат нэмээд 500-600 оС-т тунгалаг болтол нь хайлуулна. Хайлшийг хөргөөд (1+9) хүхрийн хүчил нэмээд 50-60 оС-т бүрэн уустал нь халаана. Дараа нв хөргөөд 1000 мл-ийн хэмжээст колбонд юүлээд шингэрүүлсэн хүхрийн хүчил (1+9)-ээр метклэнээд сайн сэгсэрнэ. Энэ станларт уусмал нь 1 миллилитрт 0.1 мг титаны диоксид агуулна. 500мл-ийн хэмжээст колбонд стандарт уусмалаас 100 мл-ийг таслаж аваад шингэрүүлсэн хүхрийн хүчил (1+9)-ээр метклээд сайн сэгсэрнэ. Энэ стандарт уусмал нь 1 миллилитрт 0.02 мг титаны диоксид агуулна.

**5.76.2 Калибровкийн муруй байгуулах**

100мл-ийн хэмжээст колбонд титаны диоксидын стандарт уусмалаас (0.02мг/мл) 0мл, 2мл, 4мл, 6мл, 8мл, 10мл, 12мл-ийг авч 10мл шингэрүүлсэн давсны хүчил (1+2), 10мл аскорбины хүчил, 5 мл этанол, 20мл диантипирилметаны уусмал нэмээд хэмжээс хүртэл усаар дүүргэнэ. 40 минут байлгасны дараа фотометр дээр 420 нм долгионы уртад устай харьцуулж (10мл-ийн кюветэнд) шингээлтийг хэмжинэ. Калибровкийн уусмалуудын шингээлтээр калибровкийн муруй байгуулна.

**5.77** Калийн оксид (K2O), натрийн оксид(Na2O)-ын стандарт уусмал

**5.77.1 Бэлтгэх**

105-110 оС-т 2 цаг хатаасан калийн хлоридоос (стандарт урвалж эсвэл химийн цэвэр) 1.5829 граммыг 0.0001г нарийвчлалтайгаар, 105-110 оС-т 2 цаг хатаасан натрийн хлоридоос (стандарт урвалж эсвэл химийн цэвэр) 1.8859 граммыг 0.0001г нарийвчлалтайгаар жинлэж авна. Бодисуудыг стаканд хийгээд усанд бүрэн уусгасаны дараа 1000мл-ийн хэмжээст колбонд хийж усаар метклэнэ. Энэ стандарт уусмал нь 1 миллилитрт 1мг калийн оксид, 1мг натрийн оксид агуулах бөгөөд уусмалыг хуванцар саванд хадгална.

Стандарт уусмалаас 1000мл-ийн хэмжээст колбонд 50 мл-ийг авч хэмжээс хүртэл усаар дүүргээд сайн сэгсэрнэ. Уусмалыг хуванцар саванд хадгална. Энэ стандарт нь 0.05 мг/мл калийн оксид, 0.05 мг/мл натрийн оксид агуулна.

**5.77.2 Калибровкийн муруй байгуулах**

**5.77.2.1 Дөлөн фотометрийн калибровка байгуулах**

500мл-ийн хэмжээст колбонд 1мг/мл калийн оксид, 1мг/мл натрийн оксидын стандарт уусмалаас 0мл, 2.5мл, 5мл, 10мл, 15мл, 20мл-ийг таслан авч хэмжээс хүртэл усаар метклээд сайн сэгсэрнэ. Уусмалыг хуванцар саванд хадгална. Багажны ажиллах горимд зааснаар дөлөн фотометрийг ажиллах хамгийн сайн нөхцөлд тохируулна. Галванометрийн хэмжилтийн утгыг харгалзах калийн оксид болон натрийн оксидын хэмжээнд харьцуулж калибровкийг байгуулна.

**5.77.2.2** Атом шингээлтийн спектрофотометрийн аргын калибровкийн муруй байгуулах. 500мл-ийн хэмжээст колбонд 1мг/мл калийн оксид, 1мг/мл натрийн оксидын стандарт уусмалаас 0мл, 2.5мл, 5мл, 10мл, 15мл, 20мл, 25мл-ийг таслаж аваад 30 мл давсны хүчил болон 10 мл стронцийн хлоридын уусмал нэмж нэрмэл усаар хэмжээс хүртэл дүүргэнэ. Уусмалыг хуванцар саванд хадгална. Атом шингээлтийн спектрофотометрийг ажиллах оптимум нөхцөлд тохируулж, агаар-ацетилений дөлөнд, калийн хөндий ламп ашиглан 766.5нм долгионы уртад, натрийн хөндий ламп ашиглан 589 нм-ийн уртад уусмалын шингээлтийг хэмжинэ (усаар тэглэнэ). Калибровкийн уусмалуудын шингээлтээр калибровкийн муруй байгуулна.

**5.78** Манганы моноксидын стандарт уусмал (MnO)

**5.78.1** Усгүй манганы сульфат (MnSO4)

Манганы сульфат (MnSO4, химийн цэвэр эсвэл стандарт урвалж) эсвэл устай манганы сульфат (MnSO4xH2O, химийн цэвэр эсвэл стандарт урвалж)-ыг 250±10оС-т тогтмол температурт хатааж, усгүй манганы сульфат (MnSO4) гаргаж авна.

**5.78.2 Бэлтгэх**

Стаканд усгүй манганы оксидоос 0.1064 граммыг 0.0001г нарийвчлалтайгаар жинлэж усанд уусгаад, 1 мл (1+1) хүхрийн хүчил нэмнэ. Уусмалыг 1000мл-ийн хэмжээст колбонд юүлээд хэмжээс хүртэл усаар дүүргээд сайн сэгсэрнэ. Энэ стандарт уусмал 0.05мг/мл манганы оксид агуулна.

**5.78.3** Калибровкийн муруй байгуулах

**5.78.3.1** Дөлөн фотометрийн калибровкийн муруй байгуулах

200 мл-ийн стаканд манганы стандарт уусмалаас 0мл, 2мл, 6мл, 10мл, 14мл, 20мл-ийг таслан авч 5 мл (1+1) фосфорын хүчил, 10 мл (1+1) хүхрийн хүчил мөн ойролцоогоор 50 мл ус, 1г калийн периодат нэмээд уусмал бүрэн өнгөө өгтөл 15 минут буцалгана (буцалснаас хойш 15 мин). Уусмалуудыг тасалгааны температур хүртэл хөргөөд 100 мл-ийн хэмжээст колбонд юүлж усаар метклэнэ. Уусмалуудыг фотометрээр 530 нм-ийн долгионы уртад устай харьцуулж шингээлтийг нь хэмжинэ. Калибровкийн уусмалуудын шингээлтээр калибровка байгуулна.

**5.78.3.2** Атом шингээлтийн спектрофотометрийн аргын калибровкийн муруй байгуулах. 500 мл-ийн хэмжээст колбонд манганы стандарт уусмалаас 0мл, 5мл, 10мл, 15мл, 20мл, 25мл, 30мл –ийг таслаж аваад 30мл давсны хүчил, 10мл стронцийн хлоридын уусмал нэмээд хэмжээс хүртэл усаар дүүргэнэ. Атом шингээлтийн спектрофотометрийг ажиллах оптимум нөхцөлд тохируулж, агаар-ацетилений дөлөнд, манганы хөндий ламп ашиглан 279.5нм долгионы уртад уусмалуудын шингээлтийг хэмжинэ (усаар тэглэнэ). Калибровкийн уусмалуудын шингээлтээр калибровка байгуулна.

**5.79** Фосфорын тавч оксидын стандарт уусмал (P2O5)

**5.79.1** Бэлтгэх

Шилэн стаканд 105-110оС-т 2 цаг хатаасан калийн дигидрофосфат (KH2PO4, стандарт урвалж)-аас 0.1917 граммыг 0.0001г нарийвчлалтайгаар жинлэж аваад усанд уусгаж, 1000мл-ийн хэмжээст колбонд юүлээд хэмжээс хүртэл усаар дүүргэнэ. Энэ стандарт 1 миллилитрт 0.1мг фосфорын тавч оксид агуулна.

Дээрх стандарт уусмалаас 500 мл-ийн хэмжээст колбонд 50 мл-ийг таслан авч хэмжээс хүртэл усаар дүүргэнэ. Энэ стандарт 1 миллилитрт 0.01мг фосфорын тавч оксид агуулна.

**5.79.2** Калибровкийн муруй байгуулах

0.01 мг/мл фосфорын тавч ислийн уусмалаас 200 мл-ийн стаканд 0мл, 2мл, 4мл, 6мл, 8мл, 10мл, 15мл, 20мл, 25мл таслаж аваад 50 мл хүртэл усаар шингэлнэ. Дээр нь 10 мл аммонийн молибдат, 2 мл аскорбины хүчил нэмээд буцалтал халаагаад, 1.5±0.5 минут буцалгаад өрөөний температур хүртэл хөргөнө. Уусмалуудыг 100 мл-ийн хэмжээст колбонд юүлээд, стаканыг (1+10) давсны хүчлээр зайлаад, хэмжээс хүртэл (1+10) давсны хүчлээр дүүргээд сайтар сэгсэрнэ. Уусмалын шингээлтийг фотометрээр устай харьцуулж 730 нм долгионы уртад хэмжинэ. Хэмжсэн шингээлт болон харгалзах фосфорын оксидын агуулгаар калибровкийн муруй байгуулна.

**5.80** Төмрийн (III) оксидын стандарт уусмал

**5.80.1** Бэлтгэх

950±25оС-т 1 цаг шатаасан төмрийн (III) оксид (Fe2O3)-оос 300 мл-ийн стаканд 0.1000 граммыг 0.0001г нарийвчлалтайгаар жинлэж аваад 5мл ус, 30мл (1+1) давсны хүчил, 2 мл азотын хүчил нэмнэ.

Төмрийн гуравч оксидыг гүйцэд уусмал буцалтал нь халаагаад, уусмалыг тасалгааны температур хүртэл хөргөөд 1000 мл-ийн колбонд юүлж хэмжээс хүртэл усаар дүүргэнэ. Энэ стандарт нь 0.1мг/мл агуулгатай байна.

**5.80.2** Калибровкийн муруй байгуулах

**5.80.2.1** Дөлөн фотометрийн калибровкийн муруй байгуулах

100мл-ийн хэмжээст колбонд төмрийн оксидын стандарт уусмалаас 0мл, 1мл, 2мл, 3мл, 4мл, 5мл, 6мл-ийг таслан авч ойролцоогоор 40 мл нэрмэл усаар шингэлээд, 5 мл аскорбины хүчил нэмж 5 минут байлгана. Дараа нь 5 мл фенантролин (5.34), 10 мл аммонийн ацетат (5.35) нэмээд усаар метклэж сайтар сэгсэрнэ. 30 минцтын дараа уусмалуудын шингээлтийг фотометрээр 510 нм-ийн долгионы уртад устай харьцуулж хэмжинэ. Калибровкийн муруйг шингээлт болон харгалзах төмрийн оксидын концентрацийн харьцаагаар байгуулна.

**5.80.2.2** Атом шингээлтийн спектрофотометрийн аргын калибровкийн муруй байгуулах. 500 мл-ийн хэмжээст колбонд манганы стандарт уусмалаас 0мл, 5мл, 10мл, 20мл, 30мл, 40мл, 50мл –ийг таслаж аваад 30мл давсны хүчил, 10мл стронцийн хлоридын уусмал нэмээд хэмжээс хүртэл усаар дүүргэнэ. Атом шингээлтийн спектрофотометрийг ажиллах оптимум нөхцөлд тохируулж, агаар-ацетилений дөлөнд, төмрийн хөндий ламп ашиглан 248.3нм долгионы уртад уусмалуудын шингээлтийг хэмжинэ (усаар тэглэнэ). Калибровкийн уусмалуудын шингээлтээр калибровка байгуулна.

**5.81** Хүхрийн триоксидын стандарт уусмал (SO3)

**5.81.1** Бэлтгэх

300 мл-ийн стаканд 105-110оС-т 2 цаг хатаасан натрийн сульфат (Na2SO4, химийн цэвэр)-аас 0.8870 граммыг 0.0001г нарийвчлалтайгаар жинлэж авна. Бодисыг усанд уусгаад 1000мл болтол усаар метклээд хуванцар саванд хадгална. Энэ стандарт нь 0.5 мг/мл агуулгатай байна.

**5.81.2** Ионы хүчний тогтворжуулагч бэлтгэх

400мл-ийн стаканд 0.85г төмрийн оксид (Fe2O3) жинлэж авна. Дээр нь 200 мл (1+1) давсны хүчил нэмж, цагийн шилээр таглаад бүрэн уустал нь халаана. Дараа нь уусмалыг 21.42г кальцийн карбонат болон 100мл ус агуулсан 1000мл-ийн хэмжээст колбонд юүлээд, кальцийн карбонатыг бүрэн ууссаны дараа дээр нь 250 мл (1+2) аммиак нэмээд төмрийн оксидыг уустал (1+2) давсны хүчил нэмнэ. Уусмалыг хөргөсний дараа 900 мл хүртэл усаар шингэлээд уусмалын pH-г (1+1) давсны хүчил, (1+1) аммиакаар 1.0-1.5 байхаар тохируулна. Дараа нь уусмалыг 1000мл-ийн колбонд хийгээд хэмжээс хүртэл усаар метклэнэ. Энэ стандарт уусмал нь 1 миллилитрт 12мг кальцийн карбонат, 0.85мг төмрийн оксид агуулна.

**5.81.3** Калибровкийн муруй байгуулах

150мл-ийн хэмжээст колбонд 0.5мг/мл хүхрийн триоксидын стандарт уусмалаас 0мл, 5мл, 10мл, 15мл, 20мл, 25мл, 30мл-ийг таслан авч20 мл ионы хүчний тогтворжуулагч нэмж 100мл усаар шингэлнэ. Уусмал дээр 10 мл барийн хлорид нэмж 5 минут тутамд 1 сэгсэрнэ. 30 минутын дараа (1+1) аммиак нэмж хэмжээс хүртэл усаар метклэнэ. Дунд хурдны фильтрээр шүүгээд, шүүгдсийг 50 мл-ийн стаканд цуглуулж авна. Уусмалуудын шингээлтийг фотометрээр 420 нм-ийн долгионы уртад устай харьцуулж 20 мм-ийн кюветээр хэмжинэ. Уусмалуудын шингээлтээр калибровкийн муруйг байгуулна.

**5.82** Калийн дихроматын харьцуулах уусмал [c(1/6 K2Cr2O7)=0.03 моль/л]

Шилэн стаканд 150-180оС температурт 2 цаг хатаасан калийн дихромат (стандарт урвалж)-аас 0.0001г нарийвчлалтайгаар 1.4710 граммыг жинлэж авч уусгаад 1000 мл хүртэл нэрмэл усаар метклэнэ.

**5.83** Калийн иодатын стандарт титрийн уусмал [c(1/6 KIO3)=0.03 моль/л]

200 мл шинээр буцалгаж хөргөөсөн усанд 5.4г калийн иодат уусгаад, 5г натрийн гидроксид болон 150г калийн иодид (KI) нэмнэ. Уусмалын эзэлхүүнийг 5 литр болтол буцалгаж хөргөөсөн усаар шингэлээд сайтар сэгсэрч, бор шилэнл хадгална.

**5.84** Натрийн тиосульфатын титрийн стандарт уусмал [c(Na2S2O3)=0.03моль/л]

**5.84.1** Бэлтгэх

37.5г натрийн тиосульфатыг 200 мл буцалгаж хөргөөсөн усанд уусгаад 0.25г усгүй натрийн карбонат (5.26) нэмнэ. Уусмалыг 5л болтол буцалгаж хөргөөсөн усаар шингэлж сайтар сэгсрээд, бор шилэнл хадгална.

**5.84.2** Стандарт уусмалын калибровка

**5.84.2.1** Натрийн тиосульфатын стандарт титрийн уусмалын концентрацийн калибровка.200мл-ийн резинэн бөглөөтэй конус колбонд 15мл калийн дихроматын харьцуулах уусмал таслаж аваад 3г калийн иодид болон 50 мл ус нэмээд уустал нь хутгана. Дээр нь 10 мл (1+2) хүхрийн хүчил нэмээд резинэн бөглөөгөөл бөглөж 15-20минут харанхуй газар байлгана. Дараа нь колбоны хана болон бөглөөг бага зэргийн нэрмэл усаар зайлна. Уусмалыг натрийн тиосульфатын стандарт уусмалаар шаравтар өнгөтэй болтол титрлээд, 2 мл крахмал нэмж хөх өнгийг арилтал титрлэнэ. Калийн дихроматын оронд 15мл ус хийж дээрх үе шатуудын дагуу туршилтыг дахин явуулж хоосон дээжний туршилтыг хийнэ. Натрийн тиосульфатын стандарт титрийн уусмалын концентрацийг (моль/л) дараах томъёогоор (1) тооцоолно.

cNa2S2O3= (1)

Үүнд:

c(Na2S2O3)-натрийн тиосульфатын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л

0.03-калийн дихроматын харьцуулах уусмалын концентраци, моль/л

15.00- калийн дихроматын харьцуулах уусмалын эзэлхүүн, мл

V2- титрлэлтэнд орсон натрийн тиосульфатын стандарт тиртийн уусмалын эзэлхүүн, мл

V1- хоосон туршилтанд орсон стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

**5.84.2.2** Калийн иодатын стандарт титрийн уусмал болон натрийн тиосульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүний калибровка

200 мл-ийн конус колбонд 15мл калийн иодатын стандарт титрийн уусмалаас бюреткаар удаан хийнэ, дээр нь 25 мл ус болон 15мл (1+2) хүхрийн хүчил нэмнэ. Уусмалыг натрийн тиосульфатын стандарт уусмалаар шаравтар өнгөтэй болтол титрлэнэ. Дээр нь 2 мл крахмал (5.105) нэмээд хөх өнгийг арилтал титрлэнэ. Калийн иодатын стандарт титрийн уусмал болон натрийн тиосульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүний харьцааг дараах томъёогоор (2) тооцоолно:

K1= (2)

Энд:

K1- калийн иодатын стандарт титрийн уусмал болон натрийн тиосульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүний харьцаа

15.0- калийн иодатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

V3- натрийн тиосульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

**5.84.2.3.** Калийн иодатын стандарт титрийн уусмалаар хүхрийн триоксид болон хүхрийн титрийг тооцоолох

Хүхрийн триоксид болон хүхрийн титрийг (3) болон (4) томъёогоор тооцоолно:

TSO3= (3)

TS= (4)

Энд:

TSO3-хүхрийн триоксидын титр, мг/мл

TS- хүхрийн титр, мг/мл

c(Na2S2O3)- натрийн тиосульфатын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л

V3- эзэлхүүний харьцаа K1-ийг тодорхойлоход орсон натрийн тиосульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

40.03- 1/2SO3-ийн молийн масс, г/моль

16.03-1/2S-ийн молийн масс, г/моль

15.00- калийн иодатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

**5.85** Кальцийн карбонатын стандарт уусмал [c(CaCO3)=0.024 моль/л]

400мл-ийн стаканд 105-110оСтемпературт 2 цаг хатаасан кальцийн карбонат (стандарт урвалж)-аас 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.6 граммыг жинлэж аваад 100 мл ус нэмж, цагийн шилээр таглана. Стаканы ханыг дагуулж 5-10мл (1+1) давсны хүчлийг удаанаар нэмнэ. Кальцийн карбонатыг уустал хутгаад, уусмалыг буцалтал халааж 1-2 минут буцалгана. Уусмалыг тасалгааны температуртай болтол хөргөөд 250мл-ийн хэмжээст колбонд юүлж, хэмжээс хүртэл усаар дүүргээд сайтар сэгсэрнэ.

**5.86** ЭДТА стандарт титрийн уусмал [c(EDTA)=0.015 моль/л]

**5.86.1** Бэлтгэх

Шилэн стаканд 5.6г ЭДТА (Этилендиаминтетра-цууны хүчлийн динатрийн давсны дигидрат, C10H14N2O8Na2∙2H2O) жинлэж аваад, ойролцоогоор 200 мл ус нэмж, уустал халаагаад шүүж, 1 литр хүртэл усаар метклэнэ.

**5.86.2** ЭДТА-ийн стандарт титрийн уусмалын концентрацийн калибровка

300мл-ийн стаканд 25 мл кальцийн карбонатын стандарт уусмалаас таслаж аваад, 200 мл хүртэл усаар шингэлнэ. Дээр нь бага зэрэг CMP холимог индикатор (5.97) нэмээд, тогтмол хутгаж байх явцад калийн гидроксидын уусмал (5.33)-ыг ногоовтор өнгөтэй болтол нэмээд, илүүдлээр 2-3 мл-ийг нэмнэ. Уусмалыг ЭДТА-ын стандарт уусмалаар ногооноос улаан өнгөтэй болтол титрлэнэ. ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалын концентрацийг ( моль/л) дараах томъёогоор тооцоолно.

c(ЭДТА)=  (5)

Энд:

c(ЭДТА)- ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л

m1- кальцийн карбонатын стандарт уусмал бэлдэхэд орсон кальцийн карбонатын масс 5.85г, грамм

V4- титрлэлтэнд орсон ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

100.09-кальцийн карбонатын молийн масс, г/моль

**5.86.3** ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар оксидуудын титрийг тооцоолох

Калийн гидроксид болон этанолын стандарт титрийн уусмалаар төмрийн гуравч оксид, хөнгөнцагааны оксид, кальцийн оксид болон магнийн оксидын титрийг дараах томъёогоор тооцоолно.

TFe2O3=c(EDTA)\*79.84 (6)

TAl2O3= c(EDTA)\*50.98 (7)

TCaO= c(EDTA)\*56.08 (8)

TMgO= c(EDTA)\*40.31 (9)

Энд:

TFe2O3-төмрийн оксидын титр, мг/мл

TAl2O3-хөнгөнцагааны оксидын титр, мг/мл

TCaO-кальцийн оксидын титр, мг/мл

TMgO-магнийн оксидын титр, мг/мл

c(EDTA)-ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л

79.84-1/2Fe2O3-ын молийн масс, г/моль

50.98-1/2Al2O3-ын молийн масс, г/моль

56.08-кальцийн оксидын молийн масс, г/моль

40.31-магнийн оксидын молийн масс, г/моль

**5.87** Зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмал [c(CuSO4)=0.015моль/л]

**5.87.1** Бэлтгэх

3.7г зэсийн сульфат (CuSO4∙5H2O) жинлэж аваад ойролцоогоор 200 мл усанд уусгаад, 4-5 дусал (1+1) хүхрийн хүчил нэмж 1 литр хүртэл усаар метклээд сайн сэгсэрнэ.

**5.87.2** ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмал болон зэсийн сульфатын стандарт уусмалын эзэлхүүний калибровка

400мл-ийн стаканд 10-15мл ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалыг бюреткаар удаан хийгээд ойролцоогоор 150 мл болтол усаар шингэлж, дээр нь 15мл pH4.3 буффер уусмал хийж буцалтал нь халаагаад бага зэрэг хөргөнө. Дараа нь 5-6 дусал PAN индикатор нэмээд зэсийн сульфатын стандар титрийн уусмалаар тод ягаан өнгөтэй болтол титрлэнэ. ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмал болон зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүний харьцааг дараах томъёогоор тооцоолно.

K2=  (10)

Энд:

K2-ын стандарт титрийн уусмал болон зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүний харьцаа

V5- ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

V6-зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

**5.88** Калийн пелманганатын стандарт титрийн уусмал [c(1/5KMnO4)=0.18моль/л]

**5.88.1** Бэлтгэх

400мл-ийн стаканд 5.7г калийн перманганат жинлэж аваад ойролцоогоор 250 мл усанд уусгаад хэдэн минут халааж, тасалгааны температуртай болтол хөргөнө. 1000мл-ийн бор колбонд шилний элстэй юүлүүр эсвэл шилэн хөвөнтэй юүлүүрээр шүүнэ. Дараа нь 1 литр хүртэл буцалгаж хөргөсөн усаар метклээд сайтар сэгсэрнэ. Харанхуй газар долоо хоног хадгалсаны дараа хэрэглэнэ.

**5.88.2** Калийн перманганатын стандарт титрийн уусмалын концентрацийн калибровка. 400мл-ийн стаканд 105-110оС-т 2 цаг хатаасан натрийн оксалат (Na2C2O4, стандарт урвалж)-аас 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.5 граммыг жинлэж аваад, 150 мл ус, 150 мл (1+1) хүхрийн хүчил нэмнэ. Уусмалыг 70-80оС температуртай болтол халаагаад калийн перманганатын стандарт титрийн уусмалаар улбар өнгөтэй болтол (30 секунд болоход өнгө нь арилахгүй) титрлэнэ.

Калийн перманганатын стандарт титрийн уусмалын концентрацийг дараах томъёогоор тооцоолно.

c(1/5KMnO4)=  (11)

Энд:

c(1/5KMnO4)-калийн перманганатын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л

m2- натрийн оксалатын масс, г

V7- титрлэлтэнд орсон калийн перманганатын эзэлхүүн, мл

67.00-1/2Na2C2O4-ын молийн масс, г/моль

**5.88.3** Калийн перманганатын стандарт титрийн уусмалаар кальцийн оксидын титрийг тогтоох

Кальцийн оксидын титрийг дараах томъёогоор тооцоолно.

TCaO=c(1/5KMnO4)\*28.04 (12)

Энд:

TCaO- кальцийн оксидын титр, мг/мл

c(1/5KMnO4)-калийн перманганатын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л

28.04-1/2CaO-ын молийн масс, г/моль

**5.89** Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмал [c(NaOH)=0.15 моль/л]

**5.89.1 Бэлтгэх**

30г натрийн гидроксидыг усанд уусгаад, 5 литр хүртэл нэрмэл усаар метклээд сайн сэгсэрч таглаатай (натрийн шохой хатаах хоолойтой) хуванцар сав эсвэл хатуу шилэн саванд хадгална.

**5.89.2** Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентрацийн калибровка. 300мл-ийн стаканд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.8 грамм (m3) калийн гидрофталат жинлэж аваад, 200 мл буцалгаж хөргөсөн ус нэмж уустал нь хутгаад, 6-7 дусал фенолфталейн нэмээд, натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар улбар өнгөтэй болтол титрлэнэ. Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентрацийг дараах томъёогоор тооцоолно.

c(NaOH)=  (13)

Энд:

c(NaOH)-натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л

V8-титрлэлтэнд орсон натрийн гидроксидын эзэлхүүн, мл

m3-калийн гидрофталатын масс, г

204.2-калийн гидрофталатын молекул масс, г/моль

**5.89.3** Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар цахиурын титр тогтоох

Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар цахиурын титрийг дараах томъёогоор тооцоолно:

TSiO2=c(NaOH)\*15.02 (14)

Энд:

TSiO2-цахиурын титр, мг/мл

c(NaOH)-натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л

15.02-1/4SiO2-ын молийн масс, г/моль

**5.90** Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмал [c’(NaOH)=0.06 моль/л]

**5.90.1** Бэлтгэх

12г натрийн гидроксидыг усанд уусгаад 5литр хүртэл усаар метклээд сайн сэгсэрч, таглаатай (натрийн шохойн хатаах хоолойтой) хуванцар сав эсвэл хатуу шилэн саванд хадгална.

**5.90.2** Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентрацийг тооцоолох. 300 мл-ийн стаканд калийн гидрофталат (стандарт урвалж)-аас 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.3 граммыг жинлэж аваад 200 мл буцалсан хүйтэн ус нэмж, 6-7 дусал фенолфталейн хийгээд натрийн гидроксидын стандарт уусмалаар улбар өнгөтэй болтол титрлэнэ.

Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентрацийг дараах томъёогоор тооцоолно.

c’(NaOH)=  (15)

Энд:

c’(NaOH)-натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л

V9-титрлэлтэнд орсон натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

m4-натрийн гидрофталатын масс, г

204.2-натрийн гидрофталатын молекул масс, моль/л

**5.90.3** Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар хүхрийн гуравч оксидын титрийг тогтоох

Хүхрийн гуравч оксидын титрийг дараах томъёогоор тооцоолно:

T’SO3=c’(NaOH)\*40.03 (16)

Энд:

T’SO3-хүхрийн гуравч оксидын титр, мг/мл

c’(NaOH)-натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л

40.03-1/2SO3-ын молийн масс, г/моль

**5.91** Хлоридын стандарт уусмал

200мл-ийн стаканд 105-110оС-т 2 цаг хатаасан натрийн хлорид (NaCl, химийн цэвэр болон стандарт урвалж)-оос 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.3297 граммыг жинлэж аваад усанд уусгаж, 1000мл-ийн хэмжээст колбонд хийж хэмжээс хүртэл нэрмэл усаар метклэнэ. Энэ стандарт нь 0.2 мг/мл хлорид агуулна.

Дээрх стандарт уусмалаас 250мл-ийн хэмжээст колбонд 50 мл-ийг таслаж аваад хэмжээс хүртэл усаар дүүргээд сайтар сэгсэрнэ. Энэ стандарт нь 0.04мг/мл агуулгатай байна.

**5.92** Мөнгөн усны нитратын стандарт титрийн уусмал [c Hg(NO3)2=0.001 моль/л]

**5.92.1** Бэлтгэх

0.34г мөнгөн усны нитратыг (Hg(NO3)2∙1/2H2O) 10мл азотын хүчилд уусгаад 1000мл-ийн хэмжээст колбонд юүлж усаар метклээд сайн сэгсэрнэ.

**5.92.2** Мөнгөн усны стандарт титрийн уусмалаар хлоридын титрийг тооцоолох

50 мл-ийн конус колбонд 0.04мг/мл хлоридын стандарт уусмалаас 5 мл-ийг таслаж аваад 20 мл этанол(5.12), 1-2 дусал бромфенолын хөх индикатор нэмнэ. Уусмалыг хөх өнгөтэй болтол натрийн гидроксидын (5.66) уусмалаар орчинг тааруулна. Дараа нь азотын хүчлээр (5.65) уусмалыг шар өнгөтэй болтол тааруулаад, илүүдлээр 1 дусалыг нэмнэ. Дээр нь 10 дусал 1,5-дифенилкарбазоны индикатор (5.106) нэмнэ. Уусмалыг мөнгөн усны нитратын стандарт титрийн уусмалаар чернилэн улаан (purple red) өнгөтэй болтол титрлэнэ. Ижил хэмжээний урвалж нэмж, хлоридын стандарт нэмэхгүйгээр яг адил процессоор хоосон туршилтыг хийнэ.

Мөнгөн усны стандарт титрийн уусмалаар хлорын титрийг дараах томъчогоор тооцоолно:

 (17)

Энд:

-Хлорын титр, мг/мл

0.04-хлорын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л

5.00-хлорын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

V11- титрлэлтэнд орсон мөнгөн усны нитратын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

V10- хоосон туршилтанд орсон мөнгөн усны нитратын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

**5.93**  Мөнгөн усны нитратын стандарт титрийн уусмал [c’Hg(NO3)2=0.005 моль/л]

**5.93.1** Бэлтгэх

1.67г мөнгөн усны нитратыг (Hg(NO3)2∙1/2H2O) 10 мл азотын хүчилд уусгаад, 1000мл-ийн хэмжээст колбонд юүлж хэмжээс хүртэл усаар дүүргээд сайтар сэгсэрнэ.

**5.93.2** Мөнгөн усны нитратын стандарт титрийн уусмалаар хлорын титрийг тогтоох [c’Hg(NO3)2=0.005 моль/л]

50 мл-ийн конус колбонд 0.2 мг/мл хлоридын стандарт уусмалаас 7 мл-ийг таслаж аваад 5.92.2.-т заасны дагуу туршилтыг явуулна.

Мөнгөн усны нитратын стандарт титрийн уусмалаар хлорын титрийг дараах томъёогоор тооцоолно.

 (18)

Энд:

-хлорын титр, мг/мл

0.2-хлорын стандарт уусмалын концентраци, моль/л

7.00-хлорын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

V13- титрлэлтэнд орсон мөнгөн усны нитратын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

V12- хоосон туршилтанд орсон мөнгөн усны стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

**5.94** Фторын стандарт уусмал

**5.94.1** Бэлтгэх

Хуванцар стаканд 105-110оС-т 2 цаг хатаасан натрийн фторидоос (NaF, химийн цэвэр) 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.2763 граммыг жинлэж аваад усанд уусгаж, 500мл-ийн хэмжээст колбонд хэмжээс хүртэл усаар метклэнэ. Уусмалыг полиэтилен саванд хадгална. Энэ стандарт уусмал нь 1 мл-т 0.25 мг фтор агуулна.

500 мл-ийн хэмжээст колбонд стандарт уусмалаас 10мл, 20мл, 40мл, 60мл-ийг таслаж аваад усаар метклэж сайн сэгсэрнэ. Уусмалыг полиэтилен саванд хадгална. Эдгээр стандартууд нь тус тус 0.005, 0.010, 0.020, 0.030 мг/мл фтор агуулна.

**5.94.2** Калибровкийн муруй байгуулах

50 мл-ийн хуурай стаканд 0.001 мг/мл, 0.005 мг/мл, 0.010 мг/мл, 0.020 мг/мл, 0.030 мг/мл стандартуудаас тус бүр 10мл-ийг таслаж авна. Дээр нь яг 10 мл нийт ионы хүчтэй холбоотой pH6.0 буффер уусмал (5.67) нэмээд соронзон хутгуур хийж, соронзон хутгагч дээр тавина. Уусмалын тэнцвэрийн потенциалыг ионометр болон ацидиметрээр (6.15) хэмжиж, калийн хлоридын уусмалд фторын сонгомол электрод болон ханасан хлорт мөнгөн усны электродыг дүрж, 2 минут хутгасаны дараа үр дүн тогтворжсоны дараа потенциал утгыг тэмдэглэж авна. Логаритмын хуваарьтай уаас ашиглаж, логаритм хуваарьт фторын ионы концентраци, тогтмол хуваарьт потенциал утгыг өгч ажлын муруйг байгуулна.

**5.95** Бензойны хүчил-усгүй этанолын стандарт титрийн уусмал [c(C6H5COOH)=0.1 моль/л]

**5.95.1**  Бэлтгэх

Дессикаторт 24 цаг хатаасан бензойны хүчлээс 12.2г жинлээн авч, 1000 мл усгүй этанолд (5.12)уусгаад, резинэн таглаатай шилэн саванд (силикагель хатаах хоолоотой) хадгална.

**5.95.2.1** Глицеролын аргаар титрийг тогтоох

Цагаан алтан эсвэл шаазан тигельд тодорхой хэмжээний кальцийн карбонат (CaCO3, стандарт урвалж) авч 950±25оС-т тогтворжтол нь шатаана. 250 мл хуурай конус колбонд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.04г кальцийн оксид (m5) авна. Дээр нь 30 мл глицерол-усгүй этанолын уусал (5.69) нэмээд, ойролцоогоор 1 мл стронцийн нитрат (5.71) нэмнэ. Уусмалыг холигчид (root agitator) хийж, чөлөөт шохой хэмжигчийн (6.18) конденсаторын хоолойд углана. Төхөөрөмжийг асааж, уусмалыг тохирох хурд, температуртайгаар буцалтал нь халаана. 10 минут буцалгасаны дараа колбыг авч бензойны хүчил-усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалаар улаавтар өнгөтэй болтол титрлэнэ. Дараа нь ахин конденсаторт холбож, улаан өнгө арилтал буцалгаад дахин титрлэнэ. Ажиллагааг 10 минут халаасны дараа титрлэхэд улаан өнгө үүсэхгүй болтол давтана.

Бензойны хүчил-усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалаар кальцийн оксидын титрийг дараах томъёогоор тооцоолно:

 (19)

Энд:

-кальцийн оксидын титр, г/мл

V14- титрлэлтэнд орсон бензойны хүчил-усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

m5- кальцийн оксидын масс, г

**5.95.2.2** Этилен гликолийн аргаар титрийг тооцоолох

Цагаан алтан эсвэл шаазан тигельд тодорхой хэмжээний кальцийн карбонат (CaCO3, стандарт урвалж) авч 950±25оС-т тогтворжтол нь шатаана. 250 мл хуурай конус колбонд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.04г кальцийн оксид (m5) авна. Дээр нь 30 мл этилен гликоль- этанолын уусмал (5.70) нэмнэ. Уусмалыг холигчид (root agitator) хийж, чөлөөт шохой хэмжигчийн (6.18) конденсаторын хоолойд углана. Багажийг асааж, уусмалыг тохиромжтой хурд, температурт буцалтал нь халаана, этанолын конденсацийн дусал тогтмол дусаж эхэлмэгц, 4 минут буцалгаад колбыг авна. Хурдан шүүгч цаастай хийн шүүлтүүр эсвэл цэвэр спиртээр норгосон шилэн элсэн юүлүүрээр шүүнэ. Колбо болон фильтр дээрхийг усгүй этанолоор угааж, шүүгдсийг 250 мл-ийн хуурай шилэн саванд цуглуулна. Тэр даруй бензойны хүчил/усгүй стандартын уусмалаар уусмалын улаавтар өнгө арилтал титрлэнэ.

Бензойны хүчил-усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалаар кальцийн оксидыг дараах томъёогоор тооцоолно:

 (20)

Энд:

-кальцийн оксидын титр, г/мл

V15-титрлэлтэнд орсон бензойны хүчил- усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

m6-кальцийн оксидын масс, г

**5.96** Зэсийн комплекс уусмал

ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмал (5.86) болон зэсийн сульфатын стандарт уусмалуудаас (5.87.2) тэнцүү массын агуулгатай байхаар эзэлхүүний харьцаагаар холино.

**5.97** Калцейн (calcein) метил тимолын хөх фенолфталейны холимог индикатор (CMP холимог индикатор)

1.0000г калцейн, 1.000г метил тимолын хөх, 0.2000г фенолфталейн болон 105-110оС-т хатаасан 50г калийн нитратыг холино. Хольцийн нунтаглаад жижиг амтай саванд хадгална.

**5.98** K-B холимог индикатор

1г хүчиллэг хромын хөх K [C16H7(OH)3(NaSO3)2N], 2.5г цайны фенолын ногоон B болон 105-110оС-т хатаасан 50г калийн нитратыг холино. Хольцийн нунтаглаад жижиг амтай саванд хадгална.

**5.99** Фенолфталейны индикаторын уусмал (10 г/л)

1г фенолфталейныг 100 мл этанолд (5.12) уусгана.

**5.100** Натрий сульфосалицилатын индикатор уусмал (100г/л)

10г натрийн сульфосалицилатыг (C7H5O6SNa∙2H2O) усанд уусгаад 100 мл хүртэл усаар шингэлнэ.

**5.101** 1-(2-пиридин азо)-2 нафтолын индикатор уусмал (PAN) (2 г/л)

0.2г 1-(2-пиридин азо)-2 нафтолыг 100 мл этанолд уусгана.

**5.102**  Метилийн улаан индикаторын уусмал (2г/л)

0.2г метилийн улааныг 100 мл этанолд уусгана.

**5.103** Бромын хөх индикаторын уусмал (2г/л)

0.2г бромын хөхийг 100 мл (1+4) этанолд уусгана.

**5.104** Аммоны төмрийн сульфатын индикаторын уусмал

100 мл хүйтэн аммонийн төмрийн сульфатын [HN4Fe(SO4)2∙12H2O] ханасан усан уусмал дээр 10 мл (1+2) Азотын хүчил нэмнэ.

**5.105** Крахмалын уусмал

Шилэн стаканд 1г усанд уусдаг крахмал авч ус хийж зуурмаг болгоод, 100 мл буцалсан ус хийж 1 минут буцалгана. Хөргөсөний дараа хэрэглэнэ.

**5.106** 1,5-Дифенилкарбазоны индикатор уусмал (10г/л)

1г 1,5-Дифенилкарбазоныг 100 мл этанолд уусгана.

**5.107** П-нитрофенолын индикатор уусмал (2г/л)

0.2г П-нитрофенолыг 100 мл усанд уусгана.

**5.108** Зэсийн сульфатын уусмал (50г/л)

5г зэсийн сульфат (CuSO4∙5H2O)-г 100 мл усанд уусгана.

**5.109** Зэсийн сульфатын ханасан уусмал (CuSO4∙5H2O)

**5.110** Устөрөгчийн сульфид шингээгч

Хавтгай тавган дээр жижиг хэсгийн диаметр нь 1-2.5мм, жигнэсэн уушгин чулууг тавиад тодорхой хэмжээний ханасан зэсийн сульфатад нэвчүүлнэ (Зэсийн сульфатын масс нь уушгин чулууны жингийн хагастай тэнцүү байна). Хольцийг 150оС-т тохируулсан хатаах шүүгээнд хийнэ. Уусмалыг хаттал ууршуулах явцдаа шилэн савхаар хутгаж байна. Доод тал нь 5 цаг хатаасны дараа хатуу хольцийн хөргөж, битүү саванд хадгална.

**5.111** Шүлтлэг асбест (нүүрстөрөгчийн давхар ислийн абсорбент)

Жижиг хэсгийн диаметр нь 1-2 мм, хмийн цэвэр, битүү лаазтай.

**5.112** Ус шингээгч

Усгүй магнийн перхлорат [Mg(ClO4)]

**5.113** Натрийн шохой

Жижиг хэсгийн хэмжээ 2-5 мм, дунд зэргийн эсвэл химийн цэвэршилттэй, битүү савтай.

**5.114** Мөнгөний нитратын уусмал (5г/л)

5г мөнгөний нитратыг (AgNO3) усанд уусгаад 1литр хүртэл усаар шингэлнэ.

**5.115** Фильтрийн цаасны зутан (Каш)

Шилэн стаканд үнсгүй фильтрийг жижиглэж хийнэ. Дараа нь усанд дэвтээгээд буцалтал нь халааж, 10-аас дээш минут буцалгана. Зутанг тасалгааны температур хүртэл хөргөөд шилэн саванд хадгална.

1. Багаж, тоног төхөөрөмж
	1. Баланс

0.0001г нарийвчлалтай.

* 1. Шаазан тигель, цагаан алтан тигель, мөнгөн тигель

Бүрмэл, 20-30мл багтаамжтай.

* 1. Цагаан алтан аяга

50-100мл багтаамжтай.

* 1. Ууршуулах шаазан аяга

150-200 мл багтаамжтай.

* 1. Дессикатор

Дотроо өнгө нь өөрчлөгддөг силикагельтай.

* 1. Хатаах шүүгээ

105±5оС, 150±5оС, 250±10оС температур тохируулдаг.

* 1. Өндөр температурын зуух

Зуухны гадна талд халаалт эсэргүүцэгчтэй. Зуухны температур тохируулагч нь температурыг нарийн тохируулдаг байх. Мөн температурыг тогтмол хэмждэг байх. Зуух нь 700±25оС, 800±25оС, 950±25оС температуруудыг хянадаг байх.

* 1. Усны ууран банн
	2. Шүүлтүүрийн цаас

Үнсгүй фильтрийн 3 төрөл байдаг: хурдан, дунд ба удаан.

**6.10** Шилэн сав

Бюретка, колбо, пипетка.

**6.11** Соронзон хутгуур

Соронзон хутгуур нь полиэтилентетрафлуороэтилен шиг инерт материалан хутгах саваатай, халаах болон хурд тогтворжуулах функцтэй байна.

**6.12** Спектрофотометр

Уусмалын шингээлтийг 400-800 нм-т хэмждэг. 10-20мм зузаантай кюветтэй.

**6.13** Дөлөн фотометр

Калийн спектрийн хүчийг 768 нм, натрийн спектрийн хүчийг 589нм –т тогтвортой хэмждэг байх.

**6.14** Атом шингээлтийн спектрометр

Магни, кали, натри, төмөр болон манганы хөндий катодын ламптай.

**6.15** Ионометр буюу ацидиметр

Фторын ионы сонгомол электрод болон ханасан калийн иодын хлорт мөнгөн усны электродтой.

**6.16** Кулоны интеграл хүхрийн туршилтын багаж

Өндөр температурын зуухны хоолой, электролитик өрөөтэй, соронзон хутгуур болон кулон интегралчлагчтай.

**6.17** Шаазан завь

70-80 мм урт, 1200оС температур эсэргүүцэх чадвартай.

**6.18** Чөлөөт шохой хэмжигч

Халаах, хутгах, хугацаа тааруулах функцтэй ба конденсацийн хоолойны холболттой.

**6.19** Шилэн элсэн голтой юүлүүр

50мм диаметртэй, G4 модел (дундаж диаметр нь 4-7 мкм)

6.20 Сульфид болон сульфат тодорхойлох багаж

Аппаратын схемийг Зураг 1-т үзүүлэв.



1-гаралтын насос

2-100мл зэсийн сульфат (50г/л) агуулсан угаах сав, 250мл

3-100мл урвалын сав

4- юүлүүр

5- цахилгаан зуух, 600 В, 1-2 КВт хүчдэл тогтворжуулах трансформатортай холбосон

6- 300 мл ус ба 20 мл цайрын сульфатын аммиакан уусмал агуулсан стакан, 400мл

7- мөгөөрсөн хоолой

8- силикон резинэн хоолой

Зураг1-Сульфид болон сульфат тодорхойлох схем

**6.21** Нүүрстөрөгчийн давхар исэл тодорхойлох аппарат

Аппаратын схемийг Зураг 2-т үзүүлсэн. Багажийн хийн урсгалыг жигд эсэхийг шалгахын тулд тохирох сорох насос болон шилэн сэнстэй урсгал хэмжигч суулгасан. Аппаратаар урсаж буй хий (агаар ба азот)-нээс нүүрстөрөгчийн давхар ислийг урьдчилан натрийн шохой эсвэл натрийн асбест агуулсан Абсорбцийн цамхаг 1 болон натрийн асбест агуулсан U хоолой 2-оор дамжуулан зайлуулсан байна. Урвалын шил 4-ийн дээд хэсэг конденсатор 7- той холбогдоно.

Конденсатор 7-оор дамжсаны дараа хий нь хүхрийн хүчлээр угаах шил 8-аар дамжин устөрөгчийн сульфидын шингээгч агуулсан абсорбцийн багана 9-оор дамжина. Устөрөгчийн сульфидыг зайлуулж, чийгшүүлэхийн тулд ¾-нь натрийн асбестаар дүүрсэн болон ¼-нь ус шингээгчтэй 2 тусдаа абсорбцийн баганагоор дамжина. Натрийн асбест нь хийн урсгалтай холбоотой ус шингээгчийн урсгалын дээр байрлана. Абсорбцийн багана (11,12) –г нүүрстөрөгчийн давхар исэл, ус болон агаар нэвтрэхээс сэргийлсэн натрийн шохой болон натрийн асбесттай нэмэлт абсорбцийн багана (13) дагалдана.



1-Натрийн шохой эсвэл натрийн асбесттай абсорбцийн цамхаг

2- Натрийн асбесттай U хэлбэрийн хоолой

3- Буффер шил

4- Урвалын шил

5- Юүлүүр

6- Цахилгаан зуух

7- Конденсатор

8- Концентрацитай хүхрийн хүчилтэй угаах шил

9- Устөрөгчийн абсорбенттай абсорбцийн багана

10- Ус шингээгчтэй абсорбцийн багана

11,12- Натрийн асбест болон ус шингээгчтэй абсорбцийн багана

13- Натрийн шохой эсвэл натрийн асбесттай абсорбцийн багана

Зураг 2- Нүүрстөрөгчийн диоксид тодорхойлох нийтлэг аппарат (Асбестын абсорбцтой гравиметрийн арга)

**6.22** U хоолой

11 ба 12 U хоолойны хэмжээ

2 шулуун хоолойны дотоод зай: 25-30 мм

Дотоод диаметр: 15-20 мм

Хоолойн ёроол болон таглах хэсгийн (grinding section) хоорондын зай: 100-120 мм

Хоолойн хананы зузаан: 1-1.5мм

6.23. Хлор тодорхойлолтын нэрлэгийн нэгж

Аппаратын схемийг Зураг 3-т үзүүлэв.

![C:\Users\wyl\Documents\Tencent Files\545476991\Image\C2C\](QDU2B7FDT(G%H%`@RSBBG.png]()

1. Гаралтын насос
2. Сэнсэн урсгал хэмжигч
3. Мөнгөний нитратын уусмалтай угаах шил
4. Температур хянагч
5. Цахилгаан зуух
6. Кварц нэрэгч
7. Зуухны халуунаас хамгаалах бүрхүүл
8. Конденсатор
9. 50мл конус колбо
10. Хөдөлгөөнгүй хүрээ

Зураг 3- Хлор тодорхойлох схем

**6.24** X-ray флюоресценц анализатор

Цахиур, төмрийн оксид, хөнгөнцагааны оксид, кальцийн оксид, калийн оксид, натрийн оксид, хлор болон хүхэр (хүхрийн гуравч оксид)-ыг тодорхойлох тохиромжтой мэдрэх чадвартай X-ray флюоресценцийн анализатор.

**6.25** Хайлуулсан метал болон хэв

Хайлуулсан метал болон хэв нь цагаантугалганы хайлш (цагаан алт/алт эсвэл цагаан алт/роди)-аар хийгдсэн байна. Хэвний дотор тал нь ямар нэг гажиггүй гөлгөр гадаргуутай байна.

**6.26** Зуух болон автомат хайлуулах төхөөрөмж

Эсэргүүцлийн зуух, өндөр давтамжийн индукцийн зуух зэрэг урвалж шатаах болон дээж хайлуулах зуух, туршилтын температурыг хянах хэрэгтэй.

**6.27** Хөргөх систем

Хөргөх төхөөрөмж нь хэвний доод талаас шууд төв рүү чиглэсэн агаарын нарийн урсгал гаргах тул хайлуулж буй шил нь хурдан хөрч хэвнээс хурдан сална.

**6.28** Аргон метан хий (P10 хий)

Температур хянах төхөөрөмжтэй спектрометрийн өрөөнд байгаа багаж болон аргон хийн цилиндрийн хоорондох хоолой нь аль болох богинохон байна. Шинэ хийн цилиндр нь хэрэглэхээс өмнө өрөөнд 2 цаг байх ёстой. Цилиндрийн ашиглалтын хугацаа дуусахад хийн найрлага өөрчлөгддөг. Хий дуусахаас өмнө хийн цилиндрийг солих хэрэгтэй.

**6.29** Нунтаглагч төхөөрөмж, даралтын машин болон хэв

Нунтаглагч төхөөрөмж нь дээжийг тохирох нунтаглалттай болтол нунтаглах ба хэрэгтэй тохиолдолд барьцалдуулагч нэмнэ. Даралтын машин нь дээжийг гөлгөр гадаргуутай хатуу дээж болгож тогтворжуулдаг. Хэвийг тохирох хүчээр гэнгээр хийсэн бадаралт тэсвэрлэх чадвартай, деформацгүй, тохирох хэмжээтэй байдаг ба үүнд цутгасан дээж нь X-ray спектрометрийн шаардлагад нийцсэн байна.

1. **Дээж бэлтгэл**

Сорьц нь төлөөлөх ба гомоген байна. Дээж авах аргачлал нь GB/T 12573. Дээжийг квадратын аргаар болон хуваагчаар хувааж 100г болтол багасгана. Дээжийг 80мкм-ийн шигшүүрээр шигшиж, соронзоор металлын ионуудыг нь салгаад, шигшүүр дээр үлдсэн үлдэгдлийг буталж, бүгдийг нь 80мкм-ийн шигшүүрээр шигшинэ. Дээжийг сайн хольж, туршилтын шилэнд хийж битүүмжилнэ.

1. **Шатаалтын хорогдол тодорхойлох**
	1. Аргын үндэслэл

Шатаалтын хорогдлыг исэлдэлтийн орчинд тодорхойлно. Дээжийг 950±25оС-т шатааснаар нүүрстөрөгчийн давхар исэл болон ус нь зайлуулагдаж, исэлдүүлэгч элементүүдэд тодорхой хэмжээгээр исэлдэж зайлуулагддаг байна. Портланд цементийн хаягдалд сульфидын исэлдэлтийн зэргийн засварыг тооцох ба бусад элементийн исэлдэлт нь маш бага байна.

* 1. Үйл явц

Шатааж жинг нь тогтворжуулсан тигельд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 1г цемент жинлэж авна. Тигелийг таглаж цахилгаан зууханд хийнэ. Бага температураас 950оС хүртэл халааж, 15-20 минут халаана. Дессикатор дотор тигелийг тасалгааны темпераиуриай болтол хөргөж жинлэнэ. Жинг тогтворжтол давтан шатаана.

Шатаалтын хорогдлыг дараах томъёогоор тооцоолж, процентоор илэрхийлнэ.

ⱳLOI= (21)

Энд:

ⱳLOI-шаталтын хорогдлын массын хэсэг, %

m7-туршилтанд авсан дээжний масс, г

m8- шатаасны дараах дээжний масс, г

**8.3** Сульфидын исэлдэлтийн засвар

Шатаалтын хорогдол тодорхойлох явцад тохиолддог сульфидын исэлдэлтийн зэргийн засварыг шатаалтын өмнөх сульфатын агуулга SO3(анхдагч), шатаалтын дараах сульфатын агуулга SO3(эцсийн)-аар тооцоолно. Сульфидын исэлдэлтийн зэргийн засварыг хийсний дараа шатаалтын зэргийг дараах томъёогоор тооцоолно.

ⱳ’LOI= ⱳLOI+0.8(ⱳfinal- ⱳinitial)

Энд:

ⱳ’LOI-засвар хийсний дараах шатаалтын хорогдлын массын хэсэг, %

ⱳLOI-засьар хийхийн өмнөх шатаалтын хорогдлын массын хэсэг, %

ⱳinitial- шатаалтын өмнөх SO3-ын массын хэсэг, %

ⱳfinal- шатаалтын дараах SO3-ын массын хэсэг, %

0.8-S2- исэлдэж SO42- болон SO3-т шилжихэд өссөн хүчилтөрөгчийн молийн массын харьцаа

1. Үл уусах үлдэгдлийг тодорхойлох
	1. Аргын үндэслэл

Цементийн үл уусах үлдэгдлийг тодорхойлох туршилтыг уусдаг цахиурын тунадасжилтыг багасгахын түлд шингэлсэн давсны хүчлээр үйлчилж байх явцад гаргаж авсан. Давсны хүчлээр үйлчилсний дараа үлдэгдэл дэх тунадасжсан байж болзошгүй цахиурыг дахин уусгахын тулд натрийн шүлтээр үйлчилнэ. Дараа нь давсны хүчлээр саармагжуулж, усаар угаагаад шүүнэ. Шатаасны дараах үлдэгдлийг жигнэж тодорхойлно.

* 1. Туршилтын үйл явц

150мл-ийн стаканд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 1г цемент (m9) жинлэж аваад, хүчтэй хутгаж байх явцдаа 25 мл ус ба 5мл давсны хүчил нэмнэ. Уусмалыг зөөлөн халааж, дээжийг гүйцэд задрах хүртэл шилэн савхны хавтгай үзүүрээр буталж өгнө. Дараа нь уусмалыг 50 мл болтол халуун усаар шингэлнэ. Уусмалыг буцлах температураас бага температурт 15 минут задална. Үлдэгдлийг дундаж фильтрийн цаасаар шүүгээд, бараг буцламтгай халуун усаар угаана.

Фильтрийн цаасыг дээрх үлдэгдэлтэй нь урвалын стаканд хийж, 100мл натрийн гидроксидын уусмал (5.31) нэмж, буцлах температураас бага температурт 15 минут задална. Үүний дараа 1-2 дусал метилийн улаан индикатор (5.102) нэмж, уусмалыг улаан өнгө үзүүлтэл (1+1) давсны хүчлийг дусал дуслаар нэмэх ба илүүдлээр 8-10 дусал нэмнэ. Уусмалыг дундаж шүүлтүүрээр шүүж бараг буцламтгай халуун усаар угаагаад, 14-с багагүй удаа халуун аммонийн нитратын уусмалаар (5.36) зайлна. Шүүгдэстэй фильтрийн цаасыг, урьдчилан шатааж жинг нь тогтмолжуулсан тигельд хийж 950±25оС температурт тогтмол масстай болтол шатаана.

* 1. Үр дүнгийн илэрхийлэл ба тооцоо

Үл уусах үлдэгдлийг дараах томъёогоор процентоор илэрхийлнэ.

WIR= \*100 (23)

Энд:

WIR-үл уусах үлдэгдлийн массын хэсэг, %

m10-шатаасан үл уусах үлдэгдлийн масс, г

m9-туршилтанд авсан дээжийн масс, г

1. Сульфат тодорхойлох

**10.1** Аргын үндэслэл

Цементийг давсны хүчлээр задлахад үүсэх сульфатын ионыг барийн хлоридоор тунадасжуулахад үндэслэгдэнэ. Барийн сульфатын тунадас нь буцлах температурт үүснэ. Тунадасыг жинлэж, SO3-аар илэрхийлнэ.

**10.2** Туршилтын явц

200мл-ийн стаканд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.5±0.05г цемент жинлэж аваад 40 мл ус нэмнэ. Хольцийг хүчтэй сэгсэрч байх зуураа 10 мл (1+1) давсны хүчил нэмнэ. Уусмалыг зөөлөн халааж, дээжийг гүйцэд задрах хүртэл шилэн савхны хавтгай үзүүрээр буталж өгнө. Уусмалыг буцлах температураас бага температурт 5 минут задална. Үлдэгдлийг 400мл-ийн стаканд дундаж шүүлтүүрээр шүүнэ. Фильтрийн халуун усаар 10-12 удаа угаана. Уусмалыг ойролцоогоор 250 мл эзэлхүүнтэй болгоно. Шилэн савхны үзүүрт бага зэрэг фильтр хийж стаканы ёроолд хийгээд, цагийн шилээр таглана. Уусмалыг буцлах хүртэл халаагаад буцлах температураас бага температурт халаасан барийн хлорилын уусмал (5.34)-аас 10 мл-ийг дусал дуслаар хийнэ. Уусмалыг 4 цагаас багагүй хугацаанд халуун байлгаж, эзэлхүүнийг 200 мл хэвээр тасалгааны температурт 12-24 цаг байлгана. Тунадасыг нарийн шүүлтүүрээр шүүж, хлоридын ион (4.6) арилтал буцалсан усаар угаана. Фильтртэй тунадасыг 800-950оС-т тогтмол масстай болтол шатаана.

**10.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Сульфатын ионы агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолно.

WSO3=  (24)

Энд:

WSO3-хүхрийн ангидридын массын хэсэг, %

m12-шатаасан тунадасны масс, г

m11-туршилтанд авсан дээжий масс, г

0.343-барийн сульфатаас хүхрийн гуравч оксид руу шилжүүлэх коэффициент

1. Цэвэр цахиур тодорхойлох –Аммонийн хлоридын жингийн арга (стандарт

арга)

**11.1** Аргын үндэслэл

Дээжийг натрийн гидроксидтой жинлэж, давсны хүчилд уусгана. Уусмалыг барьцалдамтгай болтол ууршуулаад, аммонийн хлорид нэмж, цахиурын хүчил үүсч хуурай болтол ууршуулаад, шүүж шатаасны дараа жинлэнэ. Хайлуур хүчлээр үйлчилэхэд алдагдсан алдагдал нь цэвэр цахиурын агуулга бөгөөд уусдаг цахиурын хамт нийт цахиурын агуулга болно.

**11.2** Туршилтын явц

**11.2.1** Цэвэр цахиур тодорхойлох

Таглаатай цагаан алтан тигельд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.5г цемент жинлэж аваад, 950-1000оС-т 5 минут шатаана. Дараа нь тасалгааны температур хүртэл хөргөөд 0.3±0.01г усгүй натрийн карбонаттай (5.26) шилэн савхаар хольж, 950-1000оС-т 10 минут шатаана. Жигнэсэн хатуу хайлшийг шаазан ууршуулах аяганд хийж, бага зэрэг усаар чийглэнэ. Уусмалыг резинэн хошуутай савхаар хутгаж, бутлаад цагийн шилээр таглаж 5 мл концентрацитай давсны хүчил, 2-3 дусал азотын хүчил нэмнэ. Урвал явагдаж дууссаны дараа цагийн шилийг аваад, бүрэн задлахын тулд бүхэл хэсэг бүрийг савхаар бутална. Тигелийг халуун (1+1) давсны хүчлээр зайлж, угаагдсыг шаазан ууршуулах тигельд цуглуулна. Шаазан аягыг усан баннд хийж, дээр нь шилэн гурван хөлтэй суурь тавиад цагийн шилээр таглана. Уусмалыг зууралдтал нь халааж, 1г аммонийн хлорид (5.27) нэмээд жигд хутгана. Усан банн дээр хуурай болтол нь ууршуулаад, болгоомжтой хутгаж байх явцдаа том хэсгүүдийг буталж үргэлжлүүлэн 10-15 минут ууршуулна.

Шаазан уурын тигелийг гаргаж, 10-20 мл халуун (3+97) давсны хүчил нэмнэ. Уусдаг давсыг уустал хутгана. Уусмалыг дундаж шүүлтүүрийн цаасаар шүүнэ. Тунадасыг 3 удаа (3+97) давсны хүчлээр угааж, дараа нь халуун усаар угаана. Шүүгдэс болон угаагдсыг 250 мл-ийн хэмжээст колбонд цуглуулна.

Тунадас болон фильтрийн цаасыг хамтад нь цагаан алтан тигельд хийж, бага зэрэг зай үлдээж таглана. Өндөр температурын зууханд 950-1000оС-т 1 цаг шатаасны дараа халуун плитка дээр байлгаж, үнсжүүлэлтийг үргэлжлүүлнэ. Тигелийг авч дессикаторт байрлуулаад тасалгааны температуртай болтол хөргөнө. Тунадасыг жинлэж, тогтмол масстай (m14) болтол шатаалтыг үргэлжлүүлнэ.

Тунадасыг норгохын тулд болгоомжтойгоор хэдэн дусал ус хийгээд, 3 дусал (1+4) хүхрийн хүчил, 10 мл хайлуур хүчил нэмнэ. Цагаан алтан тигелийг татах шүүгээн доор халуун плиткан дээр хуурай болтол халаана. Температурыг өсгөж, SO3-ын цагаан утаа гартал үргэлжлүүлэн халаана. Цагаан алтан тигелийг өндөр температурын зууханд хийж 950-1000оС-т 30-аас дээш минут шатаана. Тигелийн авч дессикаторт тасалгааны температуртай болтол хөргөнө. Жинлээд, массыг тогтмолжтол шатаалтыг үргэлжлүүлнэ.

**11.2.2** Хайлуур хүчлээр үйлчилсний дараах ууршуулалтын үлдэгдлийн задаргаа

11.2.1-ийн дагуу гаргасан ууршуулалтын үлдэгдэл дээр ойролцоогоор 0.5г калийн пиросульфат нэмж, үлдэгдлийг уустал шатаана. Тигель доторхыг хөргөөд 150 мл-ийн стаканд шилжүүлж, халуун ус болон (1+1) давсны хүчил нэмж буцалтал нь халаана. Задарсан масс бүрэн уусмагц, цагаан алтан тигелийг уусмалаас салгаж усаар зайлж, уусмалыг хөргөнө. Филтрат болон 11.2.1 туршилтын цахиурын тунадасын угаагдасыг 250 мл-ийн хэмжээст колбонд юүлж, усаар метклэнэ. Колбыг сэгсэрч уусмал А үүсэх ба үүнийг уусдаг цахиурын тодорхойлолтонд хэрэглэнэ. Мөн төмрийн (III) оксид (12.2 эсвэл 24.2), хөнгөнцагааны оксид (13.2 эсвэл 26.2), кальцийн оксид (14.2), магнийн оксид (29.2), титаны оксид (16.2) болон фосфорын тавч оксид (21.2) тодорхойлох комплексонометрийн аргад хэрэглэгдэнэ.

**11.2.3** Уусдаг цахиур тодорхойлох-Цахиур молибдений хөх спектрофотометрийн арга. 100 мл-ийн хэмжээст колбонд 25мл Уусмал А-аас таслан авч, 40 мл усаар шингэлээд 20 мл (1+1) давсны хүчил, 8 мл этанол болон 6 мл аммонийн молибдатын уусмал нэмж хутгана. 30 минутын дараа 20 мл (1+1) давсны хүчил нэмж, 5мл аскорбины хүчлийн уусмал (5.40) нэмээд хэмжээс хүртэл усаар метклэнэ. Тасалгааны температурт 1 цаг байлгасны дараа, фотометрээр 660 нм долгионы уртад 10 мм-ийн кюветэнд устай харьцуулж, уусмалын шингээлтийг хэмжиж авна. Калибровкийн муруйнаас (5.37) цахиурын концентрацийг (m16) олно.

**11.3** Тооцоолол ба үр дүнгийн илэрхийлэл

**11.3.1** Цэвэр цахиурын агуулгыг дараах томъёогоор олно.

wρSiO2= (25)

Энд:

wρSiO2-цэвэр цахиурын массын хэсэг, %

m14-тигель болон хйлуур хүчлээр үйлчлээгүй шатаасны дараах тунадасны масс, г

m15-тигель болон хайлуур хүчлээр үйлчилсэн шатаасны дараах тунадасны масс,г

m13- 11.2.1 туршилтанд авсан дээжний масс, г

**11.3.2** Уусдаг цахиурын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолж, процентоор илэрхийлнэ.

wsSiO2=  (26)

Энд:

wsSiO2-уусдаг цахиурын массын хэсэг, %

m16-11.2.3-ын уусмалын цахиурын концентраци, мгSiO2/100мл

m13-11.2.1 туршилтанд авсан дээжний масс, г

**11.3.3**  Нийт цахиурын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолно.

wSiO2= wpSiO2+ wsSiO2 (27)

Энд:

wSiO2-нийт цахиурын массын хэсэг, %

wpSiO2-цэвэр цахиурын массын хэсэг, %

wsSiO2-уусдаг цахиурын массын хэсэг, %

1. Төмрийн оксидын тодорхойлох-ЭДТА-ын шууд титрлэлтийн арга (стандарт

арга)

**12.1** Аргын үндэслэл

60-70оС температуртай pH1.8-2.0 уусмалыг натрийн сульфосалицилат индикатортайгаар, ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар титрлэнэ.

**12.2**  Туршилтын явц

Мөнгөн тигельд дээжнээс 0.5г (m17) жинлэж аваад, 6-7г натрийн гидроксид нэмнэ. Тигелийг завсартайгаар таглаад 650-700оС-т 20 минут халаах ба халааж байх явцдаа 1 удаа сэгсэрнэ. Тигелтийг зуухнаас авч 100 мл халуун устай 300 мл-ийн стаканд хийж, цагийн шилээр таглаад хайлш бүрэн уустал плиткан дээр халааж, тигель болон цагийн шилийг усаар зайлж авна. Уусмалыг тогтмол хутгаж байх явцад 25-30 мл давсны хүчил, 1 мл азотын хүчил нэмнэ. Тигель болон таглааг халуун (1+5) давсны хүчлээр угаана. Уусмалыг буцалтал халааж, хөргөөд 250мл-ийн хэмжээст колбонд юүлж, усаар метклэнэ. Энэ нь уусмал B болох ба үүнийг цахиур тодорхойлох (23.2), төмрийн (III) оксид тодорхойлох (12.2,24.2), хөнгөнцагааны оксид тодорхойлох (13.2,26.2), кальцийн оксид тодорхойлох (27.2), магнийн оксид тодорхойлох (29.2) болон титаны оксид тодорхойлох (16.2) туршилтуудад хэрэглэнэ.

300 мл-ийн стаканд 11.2.2-ын уусмалаас 25 мл-ийг таслан авч 100 мл хүртэл усаар шингэлнэ. Уусмалын pH-г (нарийвчлалтай pH цаас болон pHметрээр) 1:1 аммиак болон 1:1 давсны хүчлээр 1.8-2.0 болгож тохируулна. Уусмалыг 70оС хүртэл халааж, 10 дусал натрийн сульфосалицилатын индикатор дусаана. Уусмалыг ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар өнгөнгүй болтол эсвэл шар өнгө өгтөл титрлэнэ (уусмалын температур 60оС-аас доош байж болохогүй ба хэрэв бага болвол дахин халаана). Уусмалыг хөнгөнцагааны оксид тодорхойлох туршилтанд (13.2,26.2) хадгална.

**12.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Төмрийн (III) оксидын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолно.

wFe2O3= (28)

Энд:

 wFe2O3- төмрийн оксидын массын хэсэг, %

-ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон төмрийн оксидын титр, мг/мл

V16- титрлэлтэнд орсон ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

m18-11.2.1 (m13) эсвэл 12.2-т (m17) туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Хөнгөнцагааны оксид тодорхойлох- төмөр ба хөнгөнцагааны агуулга

тодорхойлох ЭДТА-ын шууд титрлэлтийн арга

**13.1** Аргын үндэслэл

Уусмалыг буцалж байх явцад pH-г 3 болтол зэсийн комплексонат уусмалаар тохируулаад, PAN индикатортай ЭДТА-аар титрлээд, төмрийн агуулгыг хасаж тодорхойлно.

**13.2** Туршилтын явц

11.2-ын уусмалыг нэрмэл усаар ойролцоогоор 200 мл болтол шингэлээд, бромын хөх индикатор хийж (1+1) аммиакыг дусал дуслаар нэмнэ. Уусмалын өнгийг чернилэн хөх болмогц (1+1) давсны хүчлээс шар өнгөтэй болтол нэмж, 15 мл pH3.0 буффер уусмал нэмнэ. Уусмалыг 1 минут бага зэрэг буцалгаад, 10 дусал зэсийн комплексонат уусмал (5.96) нэмж, 2-3 дусал PAN индикатор нэмнэ. Уусмалыг ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар улаан өнгө алга болтол титрлээд, дахин халааж улаан өнгө үүсмэгц дахин ЭДТА-ын уусмалаар титрлээд улаанаас шар өнгө үүстэл (ядаж 1 минут тогтвортой байх) титрлэнэ.

**13.3** Тооцоо ба үр дүнгий илэрхийлэл

**13.4** Хөнгөнцагааны оксидын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолно:

wAl2O3=  (29)

Энд:

wAl2O3-хөнгөнцагааны оксидын массын хэсэг, %

-ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон хөнгөнцагааны оксидын титр, мл

V17-титрлэлтэнд орсон ЭДТА-ын уусмалын эзэлхүүн, мл

m18- 11.2.1 (m13) болон 12.2-т (m17) туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Кальцийн оксид тодорхойлох- ЭДТА-ын титрлэлтийн арга

**14.1** Аргын үндэслэл

Триэтаноламинаар саад болох элементүүдийн нөлөөллийг арилган, калцейн-метил тимолын хөх фенолфталейны холимог индикатортой pH 13.0-тай хүчтэй шүлтлэг уусмалыг ЭДТА-аар титрлэнэ.

**14.2** Туршилтын явц

11.2.2-ын уусмал А-аас 300 мл-ийн стаканд 25 млийг таслаж аваад ойролцоогоо 200 мл эзэлхүүнтэй болтол шингэлнэ. Уусмал дээр 5 мл (1+2) триэтаноламин, CMP холимог индикатор нэмээд, уусмалыг хутгаж байх явцдаа ногоон өнгө үүстэл калийн гидроксидын уусмал (5.33) нэмээд илүүдлээр 5-8 мл-ийн хийж, ногоон өнгө арилж улаан өнгө үүстэл ЭДТА-аар титрлэнэ.

**14.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Кальцийн оксидын массын хэсгийг дараах томъёогоор тооцоолно.

wCaO=  (30)

Энд:

wCaO- кальцийн оксидын массын хэсэг, %

TCaO- ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар тогтоосоэ кальцийн оксидын титр, мг/мл

V18- титрлэлтэнд орсон ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

m13- 11.2.1 туршилтанд авсан дээжийн масс, г

1. Магнийн оксид тодорхойлох-атом шингээлтийн спектрометрийн арга

(стандарт арга)

**15.1** Аргын үндэслэл

Хайлуур хүчил-хлорын хүчлийн хольцоор задалсан эсвэл натрийн гидроксидтой хайлуулж гаргасан уусмалаас тодорхой хэмжээгээр таслан авч, цахиур, хөнгөнцагаан, титан зэрэг элементийн интерференцийг цезигийн давсаар зайлуулж, уусмалын шингээлтийг агаар-ацетилений дөлөнд 285.2 нм долгионы уртад хэмжиж авна.

**15.2** Туршилтын үйл явц

**15.2.1** Дээжийг хайлуур хүчил-хлорын хүчлээр задлах

Цагаан алтан тигель (эсвэл цагаан алтан аяган)-д 0.1г дээжийг жинлэн авч, 0.5-1 мл ус нэмээд 5-7 мл хайлуур хүчил болон 0.5 мл хлорын хүчил нэмээд, татах шүүгээн доор бага температурт плиткан дээр цагаан уур ялгарч дуустал (уусмалыг үсрэхээс сэргийлж сэгсэрнэ) халаагаад, тасалгааны температуртай болтол хөргөнө. Дараа нь 20 мл (1+1) давсны хүчил нэмж, уусмалыг тунгалаг болтол халаана. Уусмалыг 250 мл-ийн хэмжээст колбонд юүлж, 5 мл цекигийн хлоридын уусмал (5.48) нэмж, хэмжээс хүртэл усаар метклэнэ. Энэ нь уусмал C болох ба үүнийг магний оксид (15.2.3), төмрийн оксид (25.2), калийн оксид ба натрийн оксид (34.2), болон манганы моноксид (36.2) тодорхойлох туршилтанд хэрэглэнэ.

**15.2.2** Натрийн оксидтой хайлуулах- Давсны хүчлийн задаргаа

Мөнгөн тигельд дээжнээс 0.1г (m20) жинлэн авч, 3-4г натрийн оксид нэмж таглана (зайтай). Дээжийг 750оС-т 10 минут цахилгаан зууханд шатаана. Хайлштай тигелийн хөргөж, 300мл-ийн стаканд хийгээд дээр нь ойролцоогоор 100 мл буцалсан халуун ус хийнэ. Задарсан масс бүрэн уусмагц тигелийг гаргаж, усаар зайлна. Уусмал дээр 35 мл (1+1) давсны хүчил хийж, тигелийн тагийг халуун 1:9 давсны хүчлээр угаана. Уусмалыг буцалтал нь халааж, тасалгааны температуртай болтол хөргөөд, 250мл-ийн хэмжээст колбонд юүлж, нэрмэл усаар метклээд сайн сэгсэрнэ. Энэ нь уусмал D болох ба магнийн оксид тодорхойлох атом шингээлтийн спектрометрийн аргад хэрэглэгдэнэ.

**15.2.3** Магний оксид тодорхойлох

Хэмжээст колбонд тодорхой хэмжээний уусмал С болон уусмал D-ээс таслаж авна (уусмалын эзэлхүүн болон хэмжээст колбоны хэмжээ нь магнийн оксидын агуулгаас хамаарна). Дээр нь 1:1 давсны хүчил болон цезигийн хлорид нэмнэ (5.48, давсны хүчлийн эзэлхүүний хэсэг нь 6%, гидразины концентраци нь 1мг/мл). Уусмалыг хэмжээс хүртэл усаар тметклээд сайн сэгсэрнэ. Уусмалын шингээлтийг магнийн хөндий катодын ламп ашиглан агаар-ацетилений дөлөнд, 285.2нм долгионы уртад хэмжинэ (багажны ажиллах нөхцөл нь 5.75.2-той ижил байна). Магнийн оксидын концентрацийг 5.75.2-ын калибровкийн муруйнаас олно.

**15.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Магнийн оксидын массын хэсгийг дараах тэгшитгэлээр олно.

wMgO=  (31)

Энд:

wMgO- магнийн оксидын массын хэсэг, %

c1- уусмал дахь магнийн оксидын концентраци, мг/мл

V19-уусмалын эзэлхүүн, мл

n- нийт эзэлхүүнээс таслаж авсан уусмалын эзэлхүүн, мл

m21- 15.2.1 (m19) эсвэл 15.2.2 (m20) туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Титаны оксид тодорхойлох-Диантипирилметаны спектрофотометрийн

арга

**16.1** Аргын үндэслэл

Хүчиллэг орчинд, төмрийн ион (Fe3+) аскорбины хүчилтэй комплекс нэгдэл үүсгэж, TiO2-нь диантипирилметантай шар өнгийн комплекс нэгдэл үүсгэдэг. Уусмалын шингээлтийг 420 нм долгионы уртад хэмжинэ.

**16.2** Туршилтын явц

Уусмал А эсвэл уусмал В-аас 100 мл-ийн хэмжээст колбонд 25 мл-ийг таслан авч, 10 мл шингэрүүлсэн 1:2 давсны хүчил, 10 мл аскорбины хүчил (5.40) нэмнэ. 5 минутын дараа 5 мл этанол, 20 мл диантипирилметаны уусмал (5.41) эмж, нэрмэл усаар метклэнэ. 40 минут байлгасны дараа уусмалын шингээлтийг, 10 мм кюветээр 420нм долгионы уртад устай харьцуулж хэмжинэ. Титаны диоксидын масс (m22)-ыг (5.76.2) калибровкоос олно.

**16.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Титаны диоксидын агуулгыг дараах томъёогоор олж, процентоор илэрхийлнэ.

wTiO2=  (32)

Энд:

wTiO2-титаны диоксидын массын хэсэг, %

m22-100мл тодорхойлж буй уусмал дахь титаны диоксидын масс, г

m18- 11.2.1 (m13) эсвэл 12.2 (m17) туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Шүлт тодорхойлох дөлөн фотометрийн арга

**17.1** Аргын үндэслэл

Дээжнээс цахиурыг зайлуулахын тулд хайлуур хүчил болон хүхрийн хүчилтэй ууршуулж, үлдэгдлийг халуун усаар зайлна. Аммонийн карбонат болон аммиакаар төмөр, хөнгөнцагаан, магнийг зайлуулна. Шүүгдэс дэх натри, калийг спектрофотометрээр хэмжинэ.

**17.2** Туршилтын явц

Цагаан алтан аяганд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.1г (m23)-ыг жинлэж аваад бага хэмжээний усаар чийглэнэ. Дээр нь 5-7 мл хайлуур хүчил болон 15-20 дусал 1:1 хүхрийн хүчил нэмнэ. Тигельтэй уусмалыг татах шүүгээн доор бага температуртай халуун плиткан дээр тавьж хуурай болтол халаана (дээжийг үсэргэхгүйн тулд сэгсэрнэ). Хайлуур хүчлийг ууршиж дууссаны дараа чашканы ханыг нэрмэл усаар угааж, хүхрийн триоксидын цагаан уур ялгарч дуустал үргэлжлүүлэн халаана. Чашкыг авч тасалгааны температуртай болтол хөргөнө. Дээр нь 40-50 мл халуун ус нэмж, резинэн хошуутай шилэн савхаар хатуу үлдэгдлийг задарч уустал хутгана. Уусмал дээр 1 дусал метилын улаан индикатор (5.102), 1:1 аммиакаар шар өнгөтэй болтол нь саармагжуулж, 10 мл аммонийн карбонатын уусмал (5.43) нэмж хутгана. Цагаан алтан чашкыг татах шүүгээн доор халуун плиткан дээр тавьж буцалтал халаагаад, үргэлжлүүлэн 20-30 минут буцалгана. Хурдан шүүдэг фильтрээр шүүгээд, халуун усаар угаана. 100мл-ийн колбонд фильтрат болон угаагдсыг цуглуулж, тасалгааны температур хүртэл хөргөнө. Уусмалыг 1:1 даюсны хүчлээр улбар өнгөтэй болтол саармагжуулж, нэрмэлд усаар метклэнэ. 5.77.2.1-ийн дагуу уусмалыг дөлөн фотометрээр хэмжинэ. Калийн оксид болон натрийн оксидын агуулгыг (m24 болон m25) 5.77.2.1-ын калибровкаас олно.

**17.3** Тооцоо ба үзр дүнгийн илэрхийлэл

Натрийн оксид болон калийн оксидын агуулгыг дараах томъёонуудаар олж процентоор илэрхийлнэ.

wK2O=  (33)

wNa2O=  (34)

Энд:

wK2O-калийн оксидын массын хэсэг, %

wNa2O-натрийн оксидын массын хэсэг, %

m24- 100 мл уусмал дахь калийн оксидын масс, мг

m25- 100 мл уусмал дахь натрийн оксидын масс, мг

m23- дээжийн масс, г

1. Хлорид тодорхойлох-аммонийн тиоцианатын эзэлхүүний арга (стандарт

арга)

**18.1** Аргын үндэслэл

Энэ аргаар нийт хлорид болон бромидын агуулгыг тодорхойлдог ба үр дүнг хлоридын ион (Cl-)-оор илэрхийлдэг. Цементийг задалж, сульфидыг зайлуулахын тулд азотын хүчлээр үйлчилдэг. Ууссан хлоридыг эзэлхүүн нь мэдэгдэж байгаа мөнгөний нитратын уусмалаар тунадасжуулдаг. Уусмалыг буцалгасаны дараа шингэрүүлсэн азотын хүчлээр угааж, тунадасыг шүүдэг. Шүүгдэс болон угаагдасыг 25оС-т температураас бага температуртай болтол хөргөөд үлдэгдэл мөнгөний нитратыг төмрийн (III) давсны индикатортойгоор стандартчилагдсан аммонийн тиоцианатын уусмалаар титрлэнэ.

**18.2** Туршилтын явц

400 мл-ийн өндөр стаканд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 5г цемент (m26) жинлэж, дээр нь 50 мл ус нэмээд, шилэн савхаар хутгаж явцдаа 50 мл 1:2 азотын хүчил нэмнэ. Уусмалыг буцалтал халаагаад, үргэлжлүүлэн 1-2 минут буцалгаж аваад, хутгаж байх явцдаа 5 мл мөнгөний нитратын уусмал (5.72) нэмнэ. Уусмалыг 1-2 минут буцалгаад 250 мл-ийн конус колбонд том ширхэглэлтэй фильтр эсвэл шилний элсэн голчтой юүлүүрээр шүүж, 1:100 азотын хүчлээр угаана. Шүүгдэсийн эзэлхүүн ойролцоогоор 200мл болтол шилэн стакан болон шилэн савхыг 1:100 азотын хүчлээр угаана. Шүүгдэсийг 25оС-аас бага температурт гэрэл тусахгүй харанхуй газар хөргөнө.

Уусмал дээр 5 мл аммонийн төмрийн сульфатын индикатор (5.104) нэмж, аамонийн тиоцианатын уусмалаар (5.73) уусмалыг хүчтэй хутгаж байх явцад бүдэг ягаан өнгө үүстэл (Сэгсэрч байх явцад арилахгүй болтол) титрлэнэ. Хэрэв орсон эзэлхүүн нь 0.5-аас бага бол дээжний жинг 2 дахин багасгаж, туршилтыг дахин явуулна. Туршилтыг цементгүйгээр явуулж, титрлэлтэнд орсон аммонийн тиоцианатын экзэлхүүнийг тэмдэглэж авна.

**18.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Хлоридын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолно.

 (35)

Энд:

-хлоридын ионы массын хэсэг, %

V20- туршилтын титрлэлтэнд орсон аммонийн тиоцианатын уусмалын эзэлхүүн, мл

V21- хоосон туршилтын титрлэлтэнд орсон аммонийн тиоцианатын уусмалын эзэлхүүн, мл

m26- туршилтанд авсан дээжний масс, г

1.773- мөнгөнийн нитратын уусмалаар тогтоосон хлоридын титр, мг/мл

1. Сульфидыг иодометрийн аргаар тодорхойлох

**19.1** Зарчим

Ангижруулагч орчинд цементийг давсны хүчлээр задална. Сульфидууд нь устөрөгчийн сульфидад шилжиж, хийн урсгалаар цайрын сульфатын аммиакан уусмалд орно. Тунадасжсан цайрын сульфидын хэмжээг иодометрийн аргаар тодорхойлно.

**19.2** Туршилтын явц

6.20-д тодорхойлсон аппаратыг хэрэглэнэ. 100мл хуурай туршилтын шилэн саванд 0.0005г нарийвчлалтайгаар 1г цемент (m27) жинлэж аваад, ойролцоогоор 2г цагаан тугалганы (II) хлорид (5.57) нэмнэ. Хийн холболтыг (агаар, азот болон аргон) залгаж урсгалын хурдыг 10 мл/мин –д тааруулна. Хийн урсгалыг хаана. Дуслын юүлүүрээс 20 мл 1:1 давсны хүчил хийж дуслын юүлүүрт бага хэмжээний хүчил үлдсэн эсэхийг шалгана. Хийн холботыг залгаж, колбо дахь уусмалыг буцалтал халааж, цагаан уур гармагц халаалтыг зогсооно. 5 минут уурыг соруулна.

Уусмалыг тасалгааны температур хүртэл хөргөөд, 6моль/л калийн иодатаас 10 мл (4.2.61) болон 25 мл концентрацитай давсны хүчил нэмнэ. Уусмалыг натрийн тиосульфатын уусмалаар (4.2.62) титрлэнэ. Абсорбцийн аягыг салгаж, шилэн хоолойг абсорбцийн шингэн рүү усаар зайлна. Уусмал дээр 10 мл желатин (5.60), 5 мл калийн иодатын стандарт титрийн уусмал (5.83) нэмнэ. Хурдан сэгсэрч байх явцдаа 30 мл 1:2 хүхрийн хүчлийг 1 удаа нэмнэ. Уусмалыг натрийн тиосульфатын уусмалаар (5.84) бүдэг шар өнгөтэй болтол титрлэнэ.дээр нь 2 мл крахмал нэмж уусмалыг хөх өнгөөс өнгөгүй болтол титрлэнэ.

**19.3** Тооцоо болон үр дүнгийн илэрхийлэл

Сульфидын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолно.

wS=  (36)

ws-сульфидын массын хэсэг, %

Ts-хүхрийн титрлэлтэнд орсон калийн иодатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

V22-калийн иодатын эзэлхүүн, мл

V23- титрлэлтэнд орсон натрийн тиосульфатын эзэлхүүн, мл

K1-калийн иодатын стандарт титрийн уусмал болон натрийн тиосульфатын эзэлхүүний харьцаа

m27-туршилтанд авсан дээжийн масс, г

1. Манганы моноксид тодорхойлох- калийн периодатын спектрофотометрийн арга

**20.1** Зарчим

Хүхрийн хүчлийн орчинд, төмрийн ионууд нь фосфорын хүчилтэй комплекс үүсгэж, манган нь калийн периодатын үйлчлэлээр исэлдэж перманганатын ионд шилжинэ. Уусмалын шингээлтийг 530нм-ын долгионы уртад хэмжинэ.

**20.2** Туршилтын явц

Цагаан алтан тигельд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.5г дээж (m28) жинлэн аваад 3г натрийн карбонат болон бурагийн флакс нэмээд холино. Хольцийг 950-1000оС-т 10 минут хайлуулж, тигелийг хямсаагаар эргүүлж хайлсан материалыг тигелийн хананд жигд тараана. Тигельтэй хайлшийг хөргөсөний дараа 50 мл1:9 азотын хүчил, 100 мл 5:95 хүхрийн хүчил агуулсан 300 мл-ийн стаканд хийж, хайлшийг гүйцэд уустал зөөлөн буцалгана. Тигель болон таглааг угааж аваад, уусмалыг 250мл-ийн хэмжээст колбонд хурдан шүүлтүүрээр шүүж, халуун усаар хэдэн удаа угаана. Уусмалыг тасалгааны температуртай болтол хөргөөд нэрмэл усаар метклэнэ. 150 мл-ийн стаканд уусмалаас 50 мл-ийг таслаж аваад, 5 мл 1:1 фосфорын хүчил, 10 мл 1:1 хүхрийн хүчил болон 1г калийн иодат нэмнэ. Уусмалыг буцалтал халаагаад, буцалснаас хойш уусмал гүйцэд өнгөө өгтөл 10-15 минут буцалгана. Уусмалыг тасалгааны температуртай болтол хөргөөд, 100мл-ийн хэмжээст колбонд юүлж нэрмэл усаар метклэнэ. Уусмалыг фотометрээр 530 нм долгионы уртад 10 мм-ийн кюветээр устай харьцуулж хэмжинэ. Манганы оксидын массыг 5.78.3.1-ийн калибровкаас олно.

**20.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Манганы оксидын агуулгыг дараах томъёогоор олно.

wMnO=  (37)

Энд:

wMnO- манганы моноксидын массын хэсэг, %

m29- 100мл уусмал дахь манганы моноксидын масс, мг

m28-туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Фосфорын пентаоксид тодорхойлох-фосфор молибдены хөх

спектрофотометрийн арга

**21.1** Зарчим

Тодорхой хүчиллэг орчинд, фосфор ба аммонийн молибдат, аскорбины хүчил нь хөх өнгийн комплекс нэгдэл үүсгэдэг ба уусмалын шингээлтийг 730 нм-ийн долгионы уртад хэмжинэ.

**21.2** Туршилтын явц

Цагаан алтан тигельд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.25г дээжийг (m30) жинлэж аваад бага зэргийн усаар зайлна. Дээр нь удаанаар 3 мл давсны хүчил, 5 дусал 1:1 хүхрийн хүчил болон ойролцоогоор 5 мл хайлуур хүчил нэмнэ. Хольцийг татах шүүгээн доор бага температуртай плиткан дээр хуурай болтол халаана. Хуурай болтол ширгээсний дараа 3 мл хайлуур хүчил нэмж дахин хуурай болтол ширгээнэ. Тигелийг авч тасалгааны температуртай болтол хөргөнө. Дээр нь 3г натрийн карбонат болон бурагийн хольц хийж, 950-1000оС-т 10 минут хайлуулна. Тигелийн хананд хайлшийг жигд тараахын тулд хямсаагаар тигелийг эргүүлнэ. Тигелийг хөргөөсний дараа 10 мл (1+1) хүхрийн хүчил болон 100 мл устай 300 мл-ийн стаканд хийж, хайлшийг бүрэн уустал зөөлөн буцалгана. 250мл-ийн хэмжээст колбонд уусмалыг хийж, тигель болон таглааг угааж дээр нь хийж усаар метклэнэ.

200 мл-ийн стаканд 11.2.2-ын уусмал А-аас 50 мл-ийг таслаж аваад (аликвотын эзэлхүүн P2O5-ын агуулгаас хамаарна, хэрвээ 50мл-ээс бага аликвот авбал, 50мл хүртэл нэрмэл усаар шингэлнэ) дээр нь 1 дусал п-нитрофенол индикатор (5.107) нэмнэ. Уусмалыг шар өнгөтэй болтол натрийн гидроксидын уусмалаас (5.32) дусал дуслаар нэмж, өнгөгүй болтол 1:1 давсны хүчил хийнэ. Дээр нь 10 мл аммонийн молибдатын уусмал (5.38) нэмээд, 2 мл аскорбины хүчил (5.39) хийж 1.5±0.5 минут буцалгана. Уусмалыг тасалгааны температуртай болтол хөргөөд, 100мл-ийн хэмжээст колбонд юүлж (стаканыг 1:10 давсны хүчлээр угааж дээр нь хийнэ) 1:10 давсны хүчлээр метклэж сайтар сэгсэрнэ. Уусмалын шингээлтийг фотометр дээр 730 нм-ын долгионы уртад устай харьцуулж 100мм-ийн кюветээр хэмжинэ. Фосфорын пентоксидын агуулгаг 5.79.2 калибровкийн муруйнаас олно.

**21.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Фосфорын пентоксидын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолно.

wP2O5= (38)

Энд:

wP2O5- фосфорын пентоксидын массын хэсэг, %

m31- хоосон туршилтын үр дүнг хассаны дараах 100 мл уусмал дахь фосфорын пентоксидын масс, мг

m32- 21.2 (m30) эсвэл 11.2.1 (m13) туршилтанд авсан дээжийн масс, г

1. Нүүрстөрөгчийн давхар исэл тодорхойлох

**22.1** Аргын үндэслэл

Цементийг фосфорын хүчлээр үйлчилж, карбонатыг задална. Дэгдсэн нүүрстөрөгчийн диоксид нь нүүрстөрөгчийн давхар ислийн-чөлөөт хийн юм уу агаарын урсгалаар зөөгдөж багц абсорбцийн баганаар дамжина. Нүүрстөрөгчийн диоксид шингээх нунтаг абсорбент болон абсорбциор үүссэн усыг барих усгүй магнийн перхлорат агуулсан 2 абсорбцийн баганыг жигнэж, ялгарсан нүүрстөрөгчийн диоксидын массыг олно.

**22.2** Туршилтын явц

Туршилт явуулах аппаратыг 6.21-д үзүүлсэн.

Туршилтын өмнө аппаратанд хоосон колбо залгаж, 9, 10, 12, 13-р багануудыг залгана. Насосыг ажиллуулж, хийн урсгалын хурдыг 50-100мл/минутанд (секундэд 3-5 хийн бөмбөлөг) тааруулж, системээс нүүрстөрөгчийн диоксид болон чийгийг арилтал дор хаяж 30 минут соруулна.

Насосыг унтрааж, 10, 11, 12 болон 13-р баганыг салгана. 11 болон 12-р баганыг жингийн өрөөнд тогтмол температурт 10 минут байлгаж, тус бүрийг жинлэнэ. 2 удаагийн жинлэлтийн зөрүү 0.0010г-аас бага болтол дээрх үйлдүүдийг давтан хийж, хамгийн сүүлтийн жинлэлтийн үр дүнг тэмдэглэж авна.

Жич: Баганыг гэмтээж, чанарт нь нөлөөлөхөөс сэргийл. Энэ үйлдлийг хийхдээ хамгаалалтын бээлий заавал өмсөнө.

Хэрэв 11, 12-р баганын массын зөрүү, 0.0010г-аас их хэвээр байвал баганууд доторх абсорбентуудыг солино. 100мл-ийн хуурай нэрлэгийн колбонд 0.0001г нарийвчлалттайгаар 1г цемент (m33) жинлэж авна. Колбыг аппараттай залгаад насосыг ажиллуулж, хийн урсгалын хурдыг 50-100мл/минутанд (секундэд 3-5 хийн бөмбөлөг) тааруулна. Дуслын юүлүүрээс 20 мл концентрацитай фосфорын хүчил хийж хийн холболтыг залгана. Урвалын колбон доорх цахилгаан халаагуурыг асааж, халаагуурын утасыг бараавтар улаан болгож хүчдэлийг тааруулаад, уусмалыг буцалтал нь халааж 5 минут буцалгаад, халаагуурыг унтрааж, 25 минут агаарыг соруулна.

Жич: Колбонд эсрэг урсгал үүсэхээс сэргийлэхийн тулд хэт халаахгүй байх хэрэгтэй.

Насосыг унтрааж 10, 11, 12, 13 багануудыг салгаж, 11 болон 12-р багануудын температурыг тогтмолжуулахын тулд 10 минут тэнцвэржүүлэгчид (эксикатор) байлгаад жинлэнэ. Цемент дэх нүүрстөрөгчийн диоксидын агуулга нь багануудын масс дээр нэмэгдсэн массаар тооцоологдоно (m34 болон m35). Хэрэв 12-р баганын жингийн өөрчлөлт 0.0005г-аас бага бол тооцоонд оруулахгүй. Үнэндээ нүүрстөрөгчийн диоксид нь бүгд 11-р баганад абсорбцлогдоно. Хэрэв 12-р баганы жингийн өөрчлөлт 0.0010г –аас их байсаар байвал, 11-р баганыг солиод туршилтыг дахин хийнэ.

Хоосон дээжний туршилтыг зэрэг хийж явах ба туршилтын үр дүнгээс хоосон туршилтны үр дүнг (m36) хасаж тооцно. Хэрвээ нүүрстөрөгчийн давхар ислийн агуулга өндөр бол дээжийг багасгаж авна.

**22.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Нүүрстөрөгчийн давхар ислийн агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолно.

wCO2=  (39)

Энд:

wCO2- нүүрстөрөгчийн давхар ислийн массын хэсэг, %

m34-абсорбцийн дараах 11-р баганы масс, г

m35- абсорбцийн дараах 12-р баганы масс, г

m36- хоосон туршилтын масс, г

m33-туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Цахиур тодорхойлох- калийн флуосиликатын эзэлхүүний арга (сонгодог

арга)

**23.1** Аргын үндэслэл

Хүчтэй хүчиллэг орчинд калийн ион ба илүүдэл фторын оролцоотойгоор цахиурыг калийн флуосиликатын тунадас (K2SiF6)-д шилжүүлнэ. Тунадасыг шүүж, хүчлийг угаан саармагжуулж, калийн флуосиликатыг гидролизод оруулж цахиурын хүчил үүсгэхийн тулд халуун буцалсан хийнэ. Дараа нь фенолфталейн нэмж натрийн гидроксидын станадарт титрийн уусмалаар титрлэнэ.

**23.2**  Туршилтын явц

300мл-ийн полиэтилен стаканд 12.2-ын уусмал В-с 50 мл-ийг таслан авч, 10-15 мл азотын хүчил нэмж холиод 30оС-аас бага температуртай болтол халаана. Дээр нь болгоомжтой хутгаж байх явцдаа калийн хлоридоос (5.49) уусмалыг ханатал буюу бага зэргийн калийн хлоридын цагаан тунадас үүстэл нэмээд, дээр нь 2 г калийн хлорид нэмж, уусмал бүрэн ханах хүртэл том хэсгүүдийг бутлаад (уусмал булингартай болох ёстой ба хэрэв бүрэн ханахгүй бол ахин 2г калийн хлорид нэмнэ), 10 мл калийн фторидын уусмал (5.52) нэмнэ. Уусмалыг 30оС-ын орчинд хутгаад, 10-15 минут хөдөлгөөгүй тавьж, 1-2 минут хутгана. Уусмалыг дундаж фильтрээр шүүнэ, эхлээд уусмалыг шүүж бага зэрэг тунадасыг стаканд үлдээнэ. Шүүсний дараа хуванцар аяга болон тунадасыг калийн хлоридын уусмалаар (5.50) угаана, угаах процессоор хатуу калийн хлоридыг уусгана. Угаасан шингэний эзэлхүүн 30мл-ээс хэтрэхгүй байх ёстой. Фильтртэй тунадасыг буцааж хуванцар стаканд хийж, 30оС-т 15 мл калийн хлорид-этанолын уусмал (5.51) болон 1 мл фенолфталейн нэмнэ. Фильтрийн цаасыг тараана. Натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар (5.89) угаагдаагүй хүчлийг саармагжуулна. Уусмалыг болгоомжтой хутгаж, фильтрийн цаасыг сэгсэрнэ. Уусмалыг улаан өнгөтэй болтол фильтрийн цаасаар шилийг үрнэ ( гидролизод орсон калийн флуосиликат тунадасжихаас сэргийлж шүүх, угаах болон үлдэгдэл хүчлийг сармагжуулах процессыг хурдан гүйцэтгэнэ). Стаканд 250 мл буцалсан халуун ус хийнэ (буцалсны дараа усыг саармагжуулахын тулд улаан өнгөтэй болтол натрийн гидроксидыг хийнэ). Уусмалыг улаавтар өнгөтэй болтол натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар титрлэнэ (өнгө нь 30 секунд алга болохгүй байх).

**23.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Цахиурын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолно:

wSiO2=  (40)

Энд:

wSiO2- цахиурын диоксидын массын хэсэг, %

TSiO2- натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон цахиурын титр, г/мл

V24- цахиур тодорхойлох туршилтын титрлэлтэнд орсон натрийн гидроксидын эзэлхүүн, мл

m17-12.2 туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Төмрийн оксид тодорхойлох-фенантролины спектрофотометрийн арга

(сонгодог арга)

**24.1** Аргын үндэслэл

Хүчиллэг орчинд, аскорбины хүчлийн оролцоотойгоор 3 валенттай төмрийн ион 2 валенттай төмрийн ионд шилжиж, фенантролинтой улаан өнгийн комплекс нэгдэл үүсгэх ба уусмалын шингээлтийг 510 нм-ын долгионы уртад хэмжинэ.

**24.2** Туршилтын явц

100мл-ийн хэмжээст колбонд 11.2.2-ын уусмал А эсвэл 12.2-ын уусмал В-с 10 мл-ийг таслан авна. Хэмжээс хүртэл нэрмэл усаар метклээд, 100 мл-ийн хэмжээст колбонд 25 мл-ийг таслан авч ойролцоогоор 40 мл эзэлхүүнтэй болтол нэрмэл усаар шингэлнэ. Уусмал дээр 5 мл аскорбины хүчлийн уусмал (5.40) нэмж, 5 минут байлгаад, 5 мл фенантролин (5.54) болон 10 мл аммонийн ацетат (5.55) нэмж нэрмэл усаар метклэнэ. 30 минут байлгасаны дараа спектрофотометр дээр, 10 мм-ийн кюветээр устай харьцуулж 510 нм-ийн долгионы уртад шингээлтийг хэмжинэ. Төмрийн агуулгыг 5.80.2-ын калибровкийн муруйнаас олно.

**24.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Төмрийн (III) оксидын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолно.

wFe2O3=  (41)

Энд:

wFe2O3-төмрийн оксидын массын хэсэг, %

m37-100 мл уусмал дахь төмрийн оксидын агуулга, г

m18-11.2.1 эсвэл 12.2 туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Төмрийн оксид тодорхойлох-Атом шингээлтийн спектрометрийн арга

(Сонгодог арга)

**25.1** Аргын үндэслэл

Дээжнээс тодорхой хэмжээгээр таслан авч, цахиур, хөнгөнцагаан, титан зэрэг элементийн интерференцийн нөлөөллийг стронцийн хлоридоор арилгаж, 248.3 нм-т уусмалын шингээлтийг хэмжинэ.

**25.2** Туршилтын явц

100мл-ийн хэмжээст колбонд 25мл 15.2.1-ийн уусмал С-с таслан авч (аликвот болон хэмжээст колбоны хэмжээ төмрийн агуулгаас хамаарна), стронцийн хлоридын уусмал (5.48) нэмнэ. Туршилтанд орсон стронцийн агуулга 1мг/мл байх бөгөөд уусмалыг нэрмэл усаар метклэнэ. Атом шингээлтийн спектрометрээр, агаар-ацетилений дөлөнд, төрийн хөндий катодын ламп ашиглан, уусмалын шингээлтийг 248.3 нм-ийн долгионы уртад хэмжинэ. Төмрийн (III) оксидын агуулгыг (c2) 5.80.2.2 калибровкийн муруйнаас олно.

25.3 Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

 Төмрийн (III) оксидын агуулгыг дараах томъёогоор олж, процентоор илэрхийлнэ.

wFe2O3=  (42)

Энд:

wFe2O3-төсрийн оксидын массын хэсэг, %

c2-уусмал дахь төмрийн оксидын агуулга, мг/мл

V25- хэмжигдсэн уусмалын эзэлхүүн, мл

n-дээжний нийт эзэлхүүн болон таслаж авсан эзэлхүүний харьцаа

m19- 15.2.1 туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Зэсийн сульфатын титрлэлт (Сонгодог арга)

**26.1** Аргын үндэслэл

Төмөр титрлэсэн уусмалд, хөнгөнцагаан болон титаныг тодорхойлохын илүүдлээр ЭДТА стандарт титрийн уусмал нэмээд, уусмалын pH-г 3.8-4.0-т тохируулж, PAN индикатортойгоор илүүдэл ЭДТА-г зэсийн сульфатын стандарт уусмалаар титрлэнэ.

**26.2** Туршилтын явц

12.2-ын төмөр тодорхойлсон уусмал дээр илүүдлээр 10-15мл ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмал нэмж, 150-200мл хүртэл нэрмэл ус нэмнэ. Уусмалыг 70-80оС хүртэл халаагаад pH-г 3.0-3.5 болтол (уусмалын pH-г индикаторын цаасаар шалгана) 1:1 аммиак дуслаар хийнэ, дээр нь 15 мл pH 4.3 буффер уусмал нэмээд, уусмалыг буцалтал халааж 1-2 минут буцалгана. Уусмалыг бага зэрэг хөргөөд, 4-5 дусал PAN индикатор нэмж зэсийн сульфатын стандарт уусмалаар (5.87) тод ягаан өнгөтэй болтол титрлэнэ.

**26.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Хөнгөнцагааны оксидын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолж, процентоор илэрхийлнэ.

wAl2O3= (43)

Энд:

wAl2O3-хөнгөнцагааны оксидын массын хэсэг, %

TAl2O3-ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон хөнгөнцагааны оксидын титр, г/мл

V26-ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

V27- титрлэлтэнд орсон зэсийн сульфатын стандарт уусмалын эзэлхүүн, мл

K2-ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмал болон зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүний харьцаа

m18- 11.2.1 (m13) эсвэл 12.2 (m17) туршилтанд авсан дээжний масс, г

wTiO2- 16.2 туршилтын титаны диоксидын массын хэсэг, %

0.64-титаны диоксидоос хөнгөнцагааны оксидод шилжүүлэх коэффициент

1. Кальцийн оксид тодорхойлох- дээжийг натрийн гидрокидтой хайлуулж

ЭДТА-аар титрлэх арга

**27.1** Аргын үндэслэл

Цахиурын нөлөөллийг зайлуулахын тулд хүчиллэг уусмалд калийн фторид нэмнэ. pH 13-тай хүчтэй шүлтлэг уусмалд, триэтаноламины уусмалаар саад болох элементийн нөлөөллийг дарж, калцейн метил-тимолын хөх-фенолфталейны холимог индикатор ашиглаж, ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар титрлэнэ.

**27.2** Туршилтын явц

300мл-ийн стаканд 12.2-ын уусмал В-с 25 мл-ийг таслаж авна. Эхлээд уусмалд 15мл калийн фторидын уусмал нэмж, хутгаад 2 минут байлгана. Дараа нь нэрмэл усаар ойролцоогоор 200 мл болтол нь шингэлнэ. Дээр нь 5 мл 1:2 триэтаноламины уусмал нэмж, тохирох хэмжээний CMP холимог индикатор нэмж, тогтмол хутгаж байх явцдаа, калийн гидроксидын уусмалаас ногоон өнгө үүстэл нэмж, илүүдлээр 5-7 мл-ийг нэмнэ. Энэ үед уусмалын pH нь 13-аасих болно. Уусмалын өнгө ногооноос улаан болтол ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар титрлэнэ.

**27.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Кальцийн оксидын агуулгыг дараах томъёогоор олж, процентоор илэрхийлнэ.

wCaO= (44)

Энд:

wCaO- кальцийн оксидын массын хэсэг, %

TCaO-ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон кальцийн оксидын титр, мг/мл

V28-титрлэлтэнд орсон ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

m17-12.2 туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Кальцийн оксид тодорхойлох-перманганатын титрлэлт (сонгодог арга)

**28.1** Аргын үндэслэл

Төмөр, хөнгөнцагаан болон титаныг аммиакаар тунадасжуулж оксидод шилжүүлээд, шүүж зайлуулна. Дараа нь кальцийг тунадасжуулж, кальцийн оксалатад шилжүүлнэ. Уусмалыг шүүж, угаасны дараа кальцийн оксалатыг уусгаж, калийн перманганатын стандарт титрийн уусмалаар титрлэнэ.

**28.2** Туршилтын үйл явц

Цагаан алтан тигельд 0.3г дээж жинлэн авч, тигелийг таглаад 950-1000оС-т 5 минут халаагаад тасалгааны температуртай болтол хөргөнө. Хайлшийг шилэн савхаар буталж, 0.2г нунтаг усгүй натрийн карбонаттай (5.26) холино. Дараа нь 950-1000оС-т 10 минут шатаагаад, тасалгааны температуртай болтол хөргөнө. Хайлшийг 300 мл-ийн стаканд хийж, дээр нь 30-40 мл ус нэмж цагийн шилээр таглана. Дээр нь стаканы амсарыг дагуулж удаанаар 10 мл 1:1 давсны хүчил болон 2-3 дусал азотын хүчил хийнэ. Урвал явагдаж дууссаны дараа цагийн шилийг авч, хэд хэдэн удаа 1:1 давсны хүчлээр угаана. Угаагдсыг стаканд цуглуулж, хайлшийг уустал халаагаад 150 мл хүртэл усаар шингэлж, буцалгаж аваад, 3-4 дусал метилын улаан индикатор нэмнэ. Уусмалыг шар өнгөтэй болтол удаанаар 1:1 аммиак нэмээд, ахиад 2-3 дуслыг хийж, 1 минут багахан буцалгаад дээр нь бага зэрэг каш (5.115) хийж гидроксидын тунадас суутал байлгана. Уусмалыг халуунаар нь хурдан фильтрийн цаасаар шүүж, аммонийн нитратын халуун уусмалаар (5.36) 8-10 удаа тунадасжуулна. Уусмалыг 500мл-ийн стаканд цуглуулж, тунадасыг хаяна.

Жич: Дээжин дэх манганы оксидын хэмжээ өндөр байвал манганыг зайлуулахын тулд дараах аргыг ашиглана.

Фильтратыг метилын улаан индикаторын оролцоотойгоор 1:1 давсны хүчлээр улаан өнгөтэй болгож орчинг тааруулаад, 150 мл эзэлхүүнтэй болтол шингэлээд, 40 мл бромын ус (5.15) болон 10 мл 1:1 аммиак нэмээд 5-аас дээш минут буцалгана. Гидроксидын тунадас үүстэл байлгаад, уусмалыг дундаж фильтрээр шүүж, 7-8 удаа халуун усаар угаагаад, тунадасыг хаяна. Шүүгдэсийг 1:1 давсны хүчлээр хүчиллэгжүүлж бромыг зайлуулна.

Уусмал дээр 10 мл 1:1 давсны хүчил нэмээд, эзэлхүүнийг ойролцоогоор 200 мл болтол нэрмэл усаар шингэлээд (шаардлагатай бол концентрацитай уусмалыг халаана), 30 мл аммонийн оксалатын уусмал (5.42) нэмээд буцалгаж, 2-3 дусал метилын улаан индикатор нэмж, уусмалыг шар өнгөтэй болтол 1:1 аммиак дуслаар нэмээд илүүдлээр 2-3 дуслыг хийнэ. Уусмалыг 60 минут амраах ба эхний 30 минутанд 2-3 удаа хутгана. Уусмал дээр бага зэрэг каш хийгээд, тунадасыг 8-10 удаа халуун усаар угаана (нийт эзэлхүүн 75мл-ээс хэтрэхгүй). Угаахдаа тунадасыг сай угаахын тулд фильтрийн дотор талаас эхэлж угаана.

Жич: 1:1 аммиакыг маш удаанаар дусаах хэрэгтэй, үгүй бол кальцийн оксалаттай урвалдаж фильтрийн цаасыг урах хандлагатай байдаг. Хэд хэдэн туршилт зэрэг явагдаж байхад дараах аргууд нь удаанаар саармагжуулж байгаа эсэхийг шалгахад туслана. Эхний стаканыг хутгаж байх явцдаа 2-3 дусал 1:1 аммиак хийж, 2 дахь стаканд мөн 2-3 дусал 1:1 аммиак нэмнэ гэх мэт. Дараа нь 1-р стаканд 2-3 дусал 1:1 аммиак нэмнэ гэх мэтчилэнгээр стаканууд дахь уусмалууд шар өнгө өгтөл нэмэх ба илүүдлээр 2-3 дуслыг нэмнэ.

Тунадасуудыг буцааж стаканд хийгээд, 150-200 мл халуун ус, 10 мл 1:1 хүхрийн хүчил нэмээд 70-80оС хүртэл халааж, тунадасыг уустал хутгаад, стаканы дээд ханаар фильтрийн цаас тараагаад, калийн перманганатын стандарт титрийн уусмалаар улаавтар өнгөтэй болтол титрлэнэ, фильтрийн цаас нь уусмалд нэвчиж сайн хутгагдана. Титрлэлт нь үл ялиг улаан өнгө үүсч, 30 секундээс дээш тогтвортой байх хүртэл үргэлжилнэ.

Жич: Хоосон туршилтын үр дүн болон кальцийн оксалатын хэмжээ бага үед калийн перманганатын анхны исэлдэлт маш удаан байна. Урвалыг хурдасгахын тулд титрлэлтийн өмнө бага зэрэг манганы сульфат (MnSO4) нэмнэ.

**28.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

wCaO=  (45)

Энд:

wCaO-Кальцийн оксидын массын хэсэг, %

T’CaO-перманганатын стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон кальцийн оксидын титр, мг/мл

V29-титрлэлтэнд орсон ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

m38- туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Магнийн оксид тодорхойлох-ЭДТА-ын титрлэлтийн хасах арга (сонгодог арга)

**29.1** Аргын үндэслэл

pH-10 уусмалд, саад болох элементийн нөлөөллийг кали натрийн тартрат болон триэтанолын уусмалаар арилгаж, К-В холимог индикатортой ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар титрлэнэ.

Манганы оксидын агуулга 0.5%-иас их бол, давсны хүчлийн гидроксиламины оролцоотойгоор нийт кальци, магни, манганы агуулгыг хасаж, магнийн оксидын агуулгыг тодорхойлно.

**29.2** Туршилтын явц

**29.2.1** Манганы оксидын агуулга 0.5%-с бага

300мл-ийн стаканд 11.2.2-ын стандарт уусмалаас 25мл-ийг аслан авч, ойролцоогоор 200мл болтол усаар шингэлнэ. Дээр нь 1 мл кали натрийн тартратын уусмал (5.47) болон 5 мл 1:2 триэтаноламин нэмээд хутгана. Дараа нь 25 мл pH 10-тай буффер уусмал нэмж, бага зэрэг К-В холимог индикатор нэмнэ. Уусмалыг ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар титрлэх ба титрлэлтийн төгсгөлд цэнхэр өнгөтэй болтол удаанаар титрлэнэ.

Магнийн оксидын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолж, процентоор илэрхийлнэ.

wMgO= (46)

Энд:

wMgO- магнийн оксидын массын хэсэг, %

TMgO- ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон магнийн оксидын титр, мг/мл

V30-кальцийн оксид болон магнийн оксидын титрлэлтэнд орсон ЭДТА-ын эзэлхүүн, мл

V31- 14.2 эсвэл 27.2 туршилтанд кальцийн оксидын титрлэлтэнд орсон ЭДТА-ын эзэлхүүн, мл

m18- 11.2.1 (m13) болон 12.2 (m17) туршилтанд авсан дээжний масс, г

**29.2.2** Манганы оксид 0.5%-иас өндөр

1:2 триэтаноламины эзэлхүүн 10 мл болж өөрчлөгдсөн болон титрлэлтийн өмнө 0.5-1г давсны хүчлийн гидроксиламин (5.56) нэмэхээс бусад процесс нь 29.2.1-тэй ижил. Магнийн оксидын агуулгыг дараах томъёогоор олж, процентоор илэрхийлнэ.

wMgO= (47)

Энд:

wMgO-магнийн оксидын массын хэсэг, %

TMgO-ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон магнийн оксидын титр, мг/мл

V32-кальцийн оксид, магнийн оксид болон манганы оксидын титрлэлтэнд орсон ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

V31-14.2 эсвэл 27.2 туршилтын кальцийн оксидын титрлэлтэнд орсон ЭДТА-ын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

m18-11.2.1 эсвэл 12.2 туршилтанд авсан дээжний масс, г

wMnO- 20.2 эсвэл 36.2 туршилтын манганы оксидын массын хэсэг, %

0.57-магнийн оксидоос манганы оксидыг хасах коэффициент

1. Хүхрийн триоксид тодорхойлох-Иодометрийн арга (Сонгодог арга)

**30.1** Аргын үндэслэл

Сульфидыг зайлуулахын тулд дээжийг эхлээд фосфорын хүчлээр үйлчилнэ. Дараа нь, устөрөгчийн сульфидэд шилжсэн сульфатын сульфидыг багасгахын тулд цагаантугалганы алорид-фосфорын хүчлийн уусмал нэмж халаагаад, аммонийн цайрын сульфатын уусмалд цуглуулж, иодометрийн аргаар хэмжинэ.

Дээжин дэх сульфид болон сульфатаас гадна хэмжилтийн үр дүнд нөлөөлж болохуйц хүхрийн өөр төрлүүд байдаг.

**30.2** Туршилтын явц

Хэмжилтэнд 6.20-д дурьдсан төхөөрөмжийг хэрэглэнэ.

100 мл-ийн хуурай урвалын колбондп дээжнээс 0.3г жинлэн авч, 10 мл фосфорын хүчил нэмж жижиг цахилгаан халаагуур дээр буцалтал халаана. Үргэлжлүүлэн микро-бойлер дээр том хийн бөмбөлөг үүсэхгүй, шингэний түвшин тайван бөгөөд цагаан утаа гаргахгүйгээр халаагаад, урвалын колбонд 10 мл цагаантугалганы хлорид-фосфорын хүчлийн уусмал (5.58) нэмж, 6.20-ын диаграм дээр үзүүлснээр багажийг угсарна.

Агаарын хавхлагыг ажиллуулж, секундэд 4-5 бөмбөлөг үүсч байхаар соролтын хурдыг тохируулна. 200В хүчдэлд 10минут халаагаад, хүчдэлийг 160 В болтол бууруулж, 5 минут халаасны дараа халаалтыг зогсооно. Аягыг авч агаарын хавхлагыг хаана.

Абсорбцийн уусмал орсон шилэн хоолойг усаар зайлж, 10 мл желатин, 15мл калийн иодатын стандарт титрийн уусмал (5.83) болон 30 мл 1:2 хүхрийн хүчлийг хурдан хутгаж байх явцдаа нэмж, натрийн тиосульфатын стандарт титрийн уусмалаар бүдэг шар өнгөтэй болтол титрлээд, 2 мл крахмал нэмж, хөх өнгийг арилтал титрлэлтийг үргэлжлүүлнэ.

**30.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Хүхрийн триоксидын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолж, процентоор илэрхийлнэ.

wSO3= (48)

Энд:

wSO3- хүхрийн триоксидын массын хэсэг, %

TSO3-калийн стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон хүхрийн триоксидын титр, мг/мл

V33-титрлэлтэнд орсон калийн иодатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

V34- титрлэлтэнд орсон натрийн тиосульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

K1-калийн иодатын стандарт итрийн уусмал болон натрийнй тиосульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүний харьцаа

m39- туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Хүхрийн триоксид тодорхойлох-Ион солилцооны арга (сонгодог арга)

**31.1** Аргын үндэслэл

Усан орчинд, цементэд агуулагдаж байгаа кальцийн сульфат нь ижил бодисны хэмжээний устөрөгч үүсгэх устөрөгчийн төрлийн катион солилцооны резин ашиглаж 2 тогтвортой солилцоонд ордог. Фенолфталейн индикатортойгоор натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар титрлэнэ. Энэ арга нь байгалийн гипс агуулсан, фтор, хлор, фосфорын агуулгагүй цементийн дээжинд хүхрийн триоксид тодорхойлоход хэрэглэгдэнэ.

**31.2**  Туршилтын явц

5г резинтэй 150 мл-ийн стаканд 0.2 г дээж жинлэж аваад, 10 мл халуун ус хийж соронзон хутгуураар дээжийг дисперслэгдтэл хутгана. Дээр нь 40 мл буцалсан халуун ус нэмээд соронзон хутгуур дээр тавьж, халаагаад 10 минут хутгана. Стаканыг авч хурдан фильтрээр шүүгээд, стакан болон резиныг 4-5 удаа халуун усаар угаана, уусмалыг 2 г резин ,соронзон хутгагчтай 150 мл-ийн стаканд цуглуулна (уусмалын эзэлхүүн ойролцоогоор 100 мл). Стаканыг дахин соронзон хутгуураар 3 минут хутгана. Уусмалыг 300 мл-ийн стаканд хурдан фильтрээр шүүгээд, стакан болон резиныг 5-6 удаа халуун усаар угаана. Уусмал дээр 5-6 дусал фенолфталейн дусааж, натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар (5.90) улаавтар өнгөтэй болтол титрлэнэ. Резиныг фильтрийн цаасан дээр тавьж хатаагаад, дараа нь дахин хэрэглэж болно.

**31.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Кальцийн оксидын агуулгыг дараах томъёогоор бодож, процентоор илэрхийлнэ.

wSO3= (49)

Энд:

wSO3- хүхрийн триоксидын массын хэсэг, %

T’SO3- натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон хүхрийн триоксидын титр, мг/мл

V35-титрлэлтэнд орсон натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

m40- туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Хүхрийн триоксид тодорхойлох-барийн хроматын спектрофотометрийн

арга (сонгодог арга)

**32.1** Аргын үндэслэл

Дээжийг давсны хүчилд уусгаж, сульфаттай ижил хэмжээний хромат үүсгэхийн тулд pH 2-той барийн хроматаас илүүдлээр хийнэ. Шүлтлэг орчинд, барийн хромат нь дахин тунадасждаг. Хуурайгаар шүүсний дараа хроматын ионы шингээлтийг 420 нм-ын долгионы уртад хэмжинэ.

Дээжин дэж сульфид болон сульфатаас гадна хүхрийн бусад төрлүүд шинжилгээний үр дүнд нөлөөлж болдог.

**32.2** Туршилтын явц

Торон бүрхэвчтэй 200мл-ийн стаканд 0.33-0.36г дээж жинлэж авна. Дээр нь 4 мл 1:1 шоргоолжны хүчил нэмж, дээжийг тараагаад, бага температурт хатааж авна. Дараа нь 10 мл 1:2 давсны хүчил болон 1-2 дусал устөрөгчийн хэтоксид нэмээд уусмалыг хутгаж, жижиг хийн бөмбөлөг ялгарч дуустал халаана. Стаканы ханыг усаар зайлаад уусмалыг 2 минут буцалгана. Стаканы ханыг 2 удаа зайлна. Уусмалыг авч дээрээс нь ойролцоогоор 90 мл ус, 5 мл 1:2 аммиак нэмээд, 1:1 давсны хүчил болон 1:1 аммиакаар уусмалын pH орчинг 2.0 болгоод (индикаторын цаасаар шалгана) 100 мл хүртэл шингэлнэ. Уусмал дээр 10 мл барийн хромат нэмээд сайн сэгсэрнэ. Уусмалыг тасалгааны температуртай болтол нь хөргөөд 10 минутаас доошгүй байлгана. Хадгалалтын явцад уусмалыг 3 удаа сэгсэрнэ. Дээр нь 5 мл 1:2 аммиак нэмж уусмалыг 150мл-ийн хэмжээст колбонд шилжүүлж, тунадасжуулна. Хэмжээс хүртэл усаар дүүргээд сэгсэрнэ. Уусмалыг хуурай, дундаж хурдтай фильтрээр шүүнэ. Фильтратыг 50 мл-ийн стаканд цуглуулж, уусмалын шингээлтийг спектрофотометр дээр 420 нм-ийн долгионы уртад, 20мм-ийн кюветээр устай харьцуулж хэмжинэ. Хүхрийн триоксидын агуулгыг 5.81.3 калибровкийн муруйнаас авна.

**32.3**  Тооцоо болон үр дүнгийн илэрхийлэл

Хүхрийн триоксидын агуулгыг дараах томъёогоор олж, процентоор илэрхийлнэ.

wSO3= (50)

Энд:

wSO3-хүхрийн триоксидын мссын хэсэг, %

m42-100 мл уусмал дахь хүхрийн триоксидын масс, г

m41-туршилтанд авсан дээжний масс, г

1. Хүхрийн триоксид тодорхойлох-кулоны титрлэлт (сонгодог арга)

**33.1** Аргын үндэслэл

Дээжийг шоргоолжны хүчлээр үйлчилж сульфидыг задална. Каталикаторын оролцоотой дээжийг агаарын урсгалд шатааж задлахад, дээжин дэх хүхрийн диоксид болон хүхэр нь калийн иодидын уусмалд абсорбцлогдох ба калийн иодидын үүссэн электролит уусмалыг иодоор титрлэнэ.

Дээжин дэж сульфид болон сульфатаас гадна хүхрийн бусад төрлүүд шинжилгээний үр дүнд нөлөөлж болдог.

**33.2** Туршилтын явц

Өндөр температурын зуухыг 1150-1200оС-т хянахын тулд 6.16 дахь кулон хүхрийн интеграл туршилтын төхөөрөмжийг ашиглана.

Насосыг нээж, насосын сорох хурдыг 1000мл/мин-д тааруулна. Сорж байх үед электролитын кюветэнд 300 мл элетролит (5.64) нэмж, соронзон хутгуурт залгана.

Тэнцвэрийн потенциал: шаазан завинд агуулга нь мэдэгдэж байгаа бага хэмжээний хүхэр агуулсан дээжнээс авч, ванадийн (V) оксидын (5.63) нимгэн давхаргаар хучиж, завийг илүү том кварц завинд хийж зууханд тавиад, кулоны титрлэлтийг тэр даруй эхлүүлнэ. Кулоны интегралчлагчийн дэлгэцэн дээрх утга ‘0’ байвал, утгыг ‘0’ биш болтол нь дахин тааруулна.

Шаазан завинд 0.04-0.05г дээж (m43) жинлэж аваад 4-5 дусал 1:1 шоргоолжны хүчлийг нимгэн шилэн савхаар хутгаж, дээжийг бүрэн чийглэнэ. Дараа нь шаазан завь руу шилэн савхан дээр үлдсэн бага хэмжээний дээжийг 1:1 шоргоолжны хүчлээр зайлж хийнэ. Шаазан завийн цахилгаан халаагуур дээр тавиад, цахилгааны утсыг бараавтар улаан болгоно. Уусмалыг бага температурт хуурай болтол халаагаад, үргэлжлүүлэн 2 минут халаана. Дээжийг хөргөсөний дараа ванадийн (V) оксидоор нимгэн бүрхэж, шаазан завийг кварцан завинд хийж,шатаалтын зууханд хийснээр, кулоны титрлэлт тэр даруй эхэлнэ. Туршилтын дараа кулоны интегралчлагч хүхрийн триоксидыг ( эсвэл хүхэр, m44)мл-ээр гаргана.

**33.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Хүхрийн триоксидын агуулгыг дараах томъёогоор олж, процентоор илэрхийлнэ.

wSO3= (51)

Энд:

wSO3- хүхрийн триоксидын массын хэсэг, %

m44-кулон интегралчлагчийн дэлгэц дээрх хүхрийн триоксидын утга, %

m43- дээжний масс, г

1. Шүлт тодорхойлох-Атом шингээлтийн спектрофотометрийн арга

(сонгодог арга)

**34.1** Аргын үндэслэл

Дээжийг хайлуур хүчил-хлорын хүчлээр задалж, цахиур, хөнгөнцагаан, титан зэрэг элементүүдийн нөлөөллийг стронцийн хлоридоор арилгаад, агаа-ацетилены дөлд калийн оксид болон натрийн оксидын шингээлтийг 766.5нм болон 589.0 нм-т хэмжинэ.

**34.2** Туршилтын явц

Хэмжээст колбонд 15.2.1-ын уусмал С-ээс тодорхой хэмжээгээр таслан авч (дээжний эзэлхүүн болон колбоны хэмжээ нь калийн оксид болон натрийн оксидын агуулгаас хамаарна), 1:1 давсны хүчил болон стронцийн хлорид нэмнэ, туршилтын уусмал дахь давсны хүчлийн эзэлхүүний харьцаа нь 6% ба стронцийн хлоридын агуулга нь 1 мг/мл байна. Хэмжээс хүртэл нэрмэл усаар дүүргээд сайн сэгсэрнэ. Атом шингээлтийн спектрофотометрээр агаар-ацетилены дөлөнд, калийн хөндий катодын ламп ашиглан 766.5нм, натрийн хөндий катодын ламп ашиглан 589.0 нм-т шингээлтүүдийг хэжминэ. Калийн оксид (c3) болон натрийн оксидын (c4)-ын агуулгыг 5.77.2.2 калибровкийн муруйнаас олно.

**34.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Натрийн оксид болон калийн оксидын агуулгыг дараах томъёонуудаар олно.

wK2O= (52)

wNa2O=  (53)

Энд:

wK2O-калийн оксидын массын хэсэг, %

wNa2O-натрийн оксидын массын хэсэг, %

с3- хоосон туршилтыг хассаны дараах уусмалын калийн оксидын агуулга, мкг/мл

с4- хоосон туршилтыг хассаны дараах уусмалын натрийн оксидын агуулга, мкг/мл

V36- уусмалын нийт эзэлхүүн, мл

m19- 15.2.1-д авсан дээжний масс, г

n-дээжний нийт эзэлхүүн болон таслаж авсан эзэлхүүний харьцаа

1. Хлорид тодорхойлох-Фосфорын хүчний нэрлэгийн-Мөнгөн усны давсны

титрлэлтийн арга (сонгодог хэрэглээ)

**35.1** Зарчим

Дээжийг 250-260оС-т устөрөгчийн хэт оксид болон фосфорын хүчлээр задалж, цэвэршүүлсэн агаар зөөгч хийтэй, азотын хүчлээр абсорбенттой нэрлэгийн аппаратаар нэрж, хлоридыг салгана. pH 3.5орчинд, дифенилазокарбогидразин индикатортойгоор мөнгөний нитратын стандарт титрийн уусмалаар титрлэнэ.

**35.2** Туршилтын явц

6.23-т дурьдсан нэрлэгийн аппаратыг хэрэглэнэ.

50 мл-ийн Эрленмейерийн колбонд3 мл ус болон 5 дусал азотын хүчил хийнэ. Хөргүүрийн доор байрлах силикон хоолойгоор дистиллат эрленмейерийн колбонд цуглуулагдана.

Хуурай кварц нэрлэгийн багананд 0.3 г дээж (m45) жинлэж авах ба багананы хананд дээжийг наалдуулж болохгүй. Нэрлэгийн багананд 5-6 дусал устөрөгчийн хэт исэл нэмээд дээжийг жигд тартал сэгсрээд, 5 мл фосфорын хүчил нэмж таглаад сэгсэрнэ. Дээжний задралаар үүссэн нүүрстөрөгчийн давхар ислийн ихэнх нь зайлуулагдахад, хлорын нэрлэгийн аппаратнаас кварц нэрлэгийн багананд хийнэ. Дараа нь хлорын нэрлэгийн аппаратанд хийж 250-260оС-т халаана. Нэрлэгийн баганы оролт болон гаралтын силикон холболтын хурдан залгаад (эхлээд агаарын гаралт дараа н агаар оролтын хоолой), таглана.

Насосыг ажиллуулж, агаарын урсгалын хурдыг 100-200 мл/мин-д тааруулаад, 10-15 минут нэрлэг явуулсны дараа салгаж, холбоотой хоолойнуудыг салгаад нэрлэгийн баганыг авч, баганы тавиур дээр тавина. Хөргүүр болон түүний доод хэсгийг этанолоор цэвэрлэнэ. Угаасан уусмалыг 250 мл-ийн эрленмейерийн колбонд цуглуулж, колбыг авна. Дээр нь 1-2 дусал бромфенолын хөх индикатор хийж, натрийн гидроксидоор (5.66) уусмалыг хөх өнгөтэй болтол тааруулж, азотын хүчлийг уусмалыг шар болтол хийгээд, илүүдлэр 1 дуслыг нэмнэ. Уусмал дээр 10 дусал дифенилазокарбогидразин индикатор хийж, мөнгөн усны нитратын стандарт уусмалаар (5.92) уусмалаар чернилэн улаан өнгөтэй болтол титрлэнэ. Титрлэлтэнд орсон мөнгөн усны нитратын эзэлхүүнийг тэмдэглэж авна (V37). Хлоридын агуулга 0.2-1.0% байвал, нэрлэгийн хугацаа 15-20 минут байх ба мөнгөн усны стандарт титрийн уусмал (5.93)-ыг титрлэлтэнд хэрэглэнэ.

Дээж нэмэхгүйгээр хоосон туршилтыг явуулах ба хоосон туршилтанд орсон мөнгөн усны нитратын эзэлхүүнийг тэмдэглэж авна (V38).

**35.3**  Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Хлоридын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолно.

WCl-= (54)

Энд:

WCl—хлоридын массын хэсэг, %

TCl- Мөнгөн усны стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон хлоридын титр, мг/мл

V37-титрлэлтэнд орсон мөнгөн усны нитратын эзэлхүүн, мл

V38-хоосон туршилтын титрлэлтэнд орсон мөнгөн усны нитратын эзэлхүүн, мл

m45- дээжний масс, г

1. Манганы моноксид тодорхойлох-Атом шингээлтийн

спектрофотометрийн арга

**36.1** Аргын үндэслэл

Цементийг хайлуур хүчил болон хлорын хүчлээр задалж, цахиур, хөнгөнцагаан, титан зэрэг элементийн нөлөөллийг стронцийн хлоридоор арилгаж, агаар-ацетилений дөлөнд уусмалын шингээлтийг 279.5нм долгионы уртад хэмжинэ.

**36.2** Туршилтын явц

Атом шингээлтийн спектрофотометрээр агаар-ацетилений дөлөнд, 15.2.1-ын уусмал С-ийн шингээлтийг манганы хөндий катодын ламп ашиглан 5.78.3.2-ын дагуу 279.5 нм долгионы уртад хэмжинэ. Манганы моноксидын концентрацийг (c5) калибровкийн муруйнаас авна.

**36.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

Манганы моноксидын концентрацийг дараах томъёогоор тооцоолно.

wMnO= (55)

Энд:

wMnO- манганы моноксидын массын хэсэг, %

c5-уусмал дахь манганы моноксидын концентраци, мг/мл

m19- 15.2.1 туршилтанд авсан дээжний масс, г

V39- уусмалын эзэлхүүн, мл

n-уусмалын нийт эзэлхүүн болон таслаж авсан уусмалын эзэлхүүний харьцаа

1. Фтор тодорхойлох-сонгомол электродын арга

**37.1** Аргын үндэслэл

Фторын уусмалын электродын потенциалыг ионометр болон ацидиметрээр хэмжинэ. Нийт ионы хүчний холбоотой pH 6.0 буффер уусмалын оролцоотой фторын сонгомол электрод нь индикатор электрод, ханасан калийн хлорид мөнгөн усны электрод нь харьцуулах электродоор ашиглагдана.

**37.2** Туршилтын явц

100 мл хуурай стаканд 0.0001 г нарийвчлалтайгаар 0.2 г дээж жинлэж аваад, 10 мл ус нэмж дээжийг тараагаад, хутгаж байх явцдаа 5 мл 1:1 давсны хүчил нэмнэ. Хольцыг халаагаад 1-2 минут буцалгана. Дараа нь хурдан фильтрээр шүүгээд, 5-6 удаа халуун усаар угаагаад тасалгааны температуртай болтол хөргөнө. Дараа нь 2-3 дусал бромын хөх индикатор нэмээд 1:1 давсны хүчил болон натрийн гидроксидын уусмалаар (5.32) уусмалын хүчил шүлтийн орчинг тохируулна. Уусмалын өнгө яг хөхөөс шар болонгуут (хөнгөнцагааны гидроксидын тунадас үүсэхээс болгоомжил) 100 мл-ийн хэмжээст колбонд юүлж, хэмжээс хүртэл усаар метклээд жигд сэгсэрнэ.

50мл-ийн хуурай стаканд уусмалаас 10 мл-ийг таслан авч дээр нь яг 10 мл pH 6.0 буффер уусмал (5.67) нэмнэ. Стаканыг соронзон хутгуур дээр тавьж хутгаад, уусмалын эквилберрум потенциалыг ионометр эсвэл ацидиметрээр хэмжинэ. Туршилт хийх явцад, фторын ионы сонгомол электрод болон ханасан калийн хлорид мөнгөн усны электродыг уусмалд зэрэг дүрж, 2 минут эргүүлээд, тогтмол потенциалын утгыг тэмдэглэж авна. Фторын ионы агуулгыг (c6) 5.94.2-ын калибровкийн муруйнаас олно.

**37.3** Тооцоо болон үр дүнгийн илэрхийлэл

Фторын агуулгыг дараах томъёогоор тооцоолно.

wF-= (56)

Энд:

wF—фторын массын хэсэг, %

c6- хэмжигдсэн уусмал дахь фторын агуулга, мг/мл

100-нийт уусмалын эзэлхүүн, мл

m46- дээжний масс, г

1. Чөлөөт шохой тодорхойлох-Глицерол Этанолын арга (сонгомол арга)

**38.1** Аргын үндэслэл

Зөөлөн буцлах температурт барийн нитрат катализатор болно. Чөлөөт шохой болон глицерол-этанол нь шүлтлэг кальцийн глицерен үүсгэж фенолфталейнд улаан өнгө үзүүлдэг учил бензойны хүчилтэй усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалаар титрлэнэ.

**38.2** Туршилтын явц

250 мл-ийн хуурай конус колбонд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.5 г дээж жинлэж авна. Дээр нь 30 мл глицерол-этанолын уусмал (5.69) , 1 г барийн нитрат нэмж чөлөөт шохой хэмжигчийн хөргүүрийн үзүүртэй холбоно. Багажийг асааж, уусмалыг тохирох хурдаар хутгаж, нэгэн зэрэг халааж, буцалгана. Этанолын конденсац тасралтгүй дуслаж эхэлмэгц, 10 минут зөөлөн хутгаж буцалгасаны дараа конус колбыг авна. Тэр даруй, бензойны хүчилтэй, усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалаар (5.95) улаавтар өнгө арилтал титрлэнэ.

**38.3** Тооцоо ба үзр дүнгийн илэрхийлэл

Чөлөөт шохойг дараах томъёогоор тооцоолно.

wfCaO= (57)

Энд:

wfCaO-чөлөөт шохойн массын хэсэг, %

- бензойны хүчил-усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон кальцийн оксидын титр, г/мл

V40- титрлэлтэнд орсон бензойны хүчил-усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

m47- дээжний масс, г

1. Чөлөөт шохой тодорхойлох-этилен гликолийн арга

**39.1** Аргын үндэслэл

Зөөлөн буцлах температурт барийн нитрат катализатор болно. Чөлөөт шохой болон этилен-гликоль нь шүлтлэг кальцийн глицерен үүсгэж фенолфталейнд улаан өнгө үзүүлдэг учил бензойны хүчилтэй усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалаар титрлэнэ.

**39.2** Туршилтын явц

250 мл-ийн хуурай конус колбонд 0.0001г нарийвчлалтайгаар 0.5 г дээж жинлэж авна. Дээр нь 30 мл этилен гликоль-этанолын уусмал (5.70) хийж шохой хэмжигчийн хөргүүрийн үзүүртэй холбоно. Багажийг асааж, уусмалыг тохирох хурдаар хутгаж, нэгэн зэрэг халааж, буцалгана. Этанолын конденсац тасралтгүй дуслаж эхэлмэгц, 4 минут зөөлөн хутгаж буцалгасаны дараа конус колбыг авч хуурай фильтрээр шүүж, 3 удаа усгүй этанолоор угаагаад, филтрат болон угаасан уусмалыг 250 мл-ийн шилэн саванд цуглуулна. Тэр даруй, бензойны хүчилтэй, усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалаар (5.95) улаавтар өнгө арилтал титрлэнэ.

**39.3** Тооцоо ба үр дүнгийн илэрхийлэл

wfCaO=  (58)

Энд:

wfCaO-чөлөөт шохойн массын хэсэг, %

- бензойны хүчил-усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалаар тогтоосон кальцийн оксидын титр, г/мл

V41- титрлэлтэнд орсон бензойны хүчил-усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

m48- дээжний масс, г

1. X-ray флуоресценцийн химийн шинжилгээ

**40.1**  Аргын үндэслэл

Химийн элементүүд электрон, протон, жижиг хэсгүүд, ион болон бусад X-ray ххолой болон радио идвэхит изотодын эх үүсвэрүүд зэрэг бөөгнөрсөн жижиг хэсгүүдээр өдөөгдөхөд, элементийн X-ray флуоресценцийг ялгаруулдаг. Өдөөгдөлтийн нөхцөл тодорхой бол, гомоген дээжин дэх элементийн X-ray флуоресценцийн эрчим болон дээжин дэж элементийн массын хэсэг нь дараах хамааралтай байна.

Ii= (59)

Энд:

Ii-хэмжигдсэн элементийн эрчим

Qi- хуваарилалтын коэффициент

Ci- хэмжигдэх элементийн массы хэсэг

-дээжийн масс абсорбцийн коэффициент

Масс абсорбцийн коэффициент нь дээжний химийн найрлагаас хамаарна. Үүний X-ray флуоресценцэд үзүүлэх нөлөөллийг дараах 3 аргын аль нэгээр нь арилгаж болно.

-балансын засвар хийхийн тулд химийн найрлагаар ижил стандарт хэрэглэх

- математикийн засвар хийхийн тулд тохиромжтой математик томъёог ашиглах

-баланс болон математикийн засвар хийхийн тулд стандарт дээж болон математикийн томъёо ашиглах

Жижиг хэсгийн ижил биш байдал болон эрдсийн нөлөөг хэмжигдэх дээжтэй ижилдүү стандарт дээж хэрэглэж засч болно, мөн нөлөөллийг багасгахын тулд дээжийг хайлуулж шилэн үрэл болгож болно.

**40.2** X-ray флуоресценцийн аппартны ажиллах нөхцлийг сонгох

**40.2.1** Аппаратны ажиллах нөхцлийн давтамж

Багажийг шинээр худалдаж авах эсвэл зарим хэсгүүдийг сольж зассаны дараа JC/T 1085-аар тохиргоо хийнэ. Багаж хэвийн ажиллаж байгаа үед калибровкийг 6 сард 1 удаа хийнэ. Шалгалт тохируулга дууссаны дараа, багажны ажиллах нөхцлийг сонгоно.

**40.2.2** Ажиллах нөхцөл сонгох

Тохирох ажлын горимыг багажны гарын авлагаас харж тохируулна.

**40.3**  Багц калибровкийн стандарт бэлдэх

Калибровкийн стандартуудыг туршилт хийх гэж байгаа дээжтэй ижил материалтаар бэлтгэгдэх ёстой бөгөөд массын хэсэгт нь 1%-иас ихгүй химийн цэвэр урвалж байна. Калибровкийн стандартын компонент тус бүрийн массын хэсэг нь шинжилж буй дээжийн массын хэсгээс их байх ёстой. Нэг багц стандарт нь дор хаяж 7 дээжтэй байна.

Калибровкийн стандарт бэлтгэл нь GB/T 15000 болон JJG1006 стандартын дагуу байх ёстой ба олон улсын стандарт дээж бэлтгэлийн аргын дагуу бэлтгэгдсэн байх ёстой.

Калибровкийн стандарт тодорхойлох арга нь энэ стандартын дагуу байх ба олон улсын стандарт загварын материалаар шалгасан байх ёстой. Гол компнентуудын массын хэсэг нь олон улсын стандарт загварын материалуудынхтай аль болох ойрхон байх хэрэгтэй. Калибровкийн стандартын компонент бүрийн массын хэсгийг химийн шинжилгээгээр тодорхойлно. Үр дүнгийн тодорхойгүй байдал нь хүснэгт 2-т заасан давталтын хязгаарын 1/3-аас бага байх ёстой.

Комдоненет тус бүрийн үр дүнгийн тодорхойгүй байплыг дараах томъёогоор бодно.

u= (60)

Энд:

u-тодорхойлсон үр дүнгийн тодорхойгүй байдал

t(n-1)-t түгээлтийн итгэлцүүрийн коэффициент, холбогдлын түвшин нь 0.05 байхад, чөлөөний зэрэг нь f=n-1

s-үр дүнгийн стандарт хазайлт

n-туршилтын тоо

**40.4** Гагнасан үрэл болон шахсан бөмбөлөг бэлтгэх

**40.4.1**  Гагнасан үрэл бэлдэх

**40.4.1.1** Дээжийг жинлэх

Дээж, флакс болон чийгнээс хамгаалах агентыг 0.0001г нарийвчлалтайгаар жинлэнэ. Хэрэглэх дээжийг дараах 2 аргын аль нэгээр нь жинлэнэ.

1. Шатаагаагүй дээж

Шатаагаагүй дээжний шаардлагатай массыг (г) дараах томъёогоор олно. (m49)

m49= (61)

Энд:

m49-шатаагаагүй дээжний масс, г

m50- үрэл хийхэд шаардлагатай, гагнасан дээжний масс, г

wLOI- шатаалтын хорогдлын масс (8.2)

1. Шатаасан дээж

Дээжинд мэдэгдэхүйц их хэмжээний карбонат агуулж байвал шатаахад үсэрч материал алдах эрсдэл байдаг. Харин карбид, төмөр зэрэг бусад металлууд байвал цагаан алттай урвалд орж тигель цоолох аюултай.

**40.4.1.2** Гагнах (Шатаах) үйл явц

Гагнахаас өмнө дээжийг флакс болон чийг зайлуулагчтай холино. Чийгний эсрэг урвалж нь уусмал байдлаар байх ба хайлуулах саванд дээж болон флаксын чийгийг эхлээд дэгдээнэ. Хольцийг заасан хугацаагаар (Жишээлбэл 10 минут) заасан температурт дээжийг бүрэн уусч, уусмалыг гомоген болтол хайлуулна. Хайлуулах температур нь цемент болон лементийн төрлөөс хамаарч өөр өөр байна. Сульфат, сульфид, хлорид болон шүлт зэрэг илүү дэгдэмхий элементүүдийг арай бага температурт хайлуулна эсвэл шаардлагатай нарийвчлалд хүрэхийн тулд шахмал үрэл болгоно. Хүхрийн триоксидын дэгдэмхийг дэгдээхдээ 1100оС-ээс дээш температуртай мэдэгдэхүйц өөрчлөгддөг. Хүхрийн триоксид дэгдсэн тохиолдолд температурыг багасгах хэрэгтэй.

**40.4.1.3** Үрэлний хэв

Дээжийг хайлуулж дууссаны дараа, цутгасан хэвэнд хийж, зуухыг унтрааана. Босоо гадаргуу дээр хэвтэй дээжийг хөргөнө. Хэрэв дээжийг улаан байхад нь хурдан хөргөх хэрэг гарвал агаарын урсгалд тавих хэрэгтэй. Энэ шатанд хайлш нь хатуурна. Хэвтэй хайлшийг босоо байрлалд агаарын урсгалын дээр баривал агаар шууд хэвний сууриас гол руу чиглэнэ. Үрэл хатуурч, саьнаасаа өөрөө гарч ирвэл агаарын урсгалыг унтраах хэрэгтэй. Үрэлнүүдийг температур болон чийгийн нөлөөнөөс болж эвдрэхээс нь хамгаалах хэрэгтэй (битүү полиэтилен саванд). Үрлийг агуулж буй савыг дессикаторт хадгалах ёстой. Удаан хадгадсны дараа үрлийн хэмжих гадаргууг этанол, ацетон эсвэл зүлгэж цэвэрлэх ёстой.

**40.4.2** Шахмал үрэл

**40.4.2.1** Ерөнхий

Дээж нь хөрс байх хэрэгтэй. Дээжийг наалдах болон шахсан нунтагийн чанарт нөлөөлөхөөс сэргийлж холбогч материал нь 3%-иас хэтрэхгүй байх ёстой.

**40.4.2.2** Туршилтын явц

Хэвийг дүүргэхэд шаардлагатай хэмжээний дээжийг холбогчтой цуг жинлэж авна. Харсний дээжийг бөмбөлөгөн хэвэнд хийж, жигд тараана. Дээжийг шаардлагатай хугацаагаар тохиромжтой даралтаар дарна. Үрлийн зузаан нь 2.5мм-ээс хэтрэхгүй байх ёстой. Үрлийг гаргаад гадаргуу цэвэрхэн эсэх, элдэв хагарал гэмтэл байгаа эсэхийг шалгана. Чихний хөвөнгөөр гадаргууг цэвэрлэх ба шахсан үрлийг хуурай даавуугаар арчина. Даралтаар шахах төхөөрөмжийг цэвэрлэж, хатаана.

**40.5** Тохируулга болон баталгаажуулалт

**40.5.1**  Шатаасан калибровкийн дээжийн концентраци

Калибровкийн муруйг хайлуулсан шилэн үрлээр хийсэн тохиолдолд, шатаасан калибровкийн дээжийн концентрацийг дараах томъёогоор олно.

WI=w\* (62)

Энд:

WI- шатаасан калибровкийн дээжийн концентраци,

w- шатаагаагүй калибровкийн дээжийн концентраци

wLOI- шатаалтын хорогдлын массын хэсэг, %

**40.5.2** Калибровкийн явц

Бүх масс абсорбцийн засварыг оруулж, шугамын давхцлын нөлөөллүүдийг оруулаад хэмжигдсэн X-ray флуоресценцийн эрчим болон элементийн концентрацийн хоорондох калибровкийн хамаарлыг олно. Хэд хэдэн удаа калибровкийн үрэл болон шахмал бүрт элемент бүрийн эрчмийг өөр өөр хугацаанд(ж нь, 40сек, 200сек...) хэмжинэ. Шинжилгээний бууралтыг (regression) ашиглаж хэмжсэн элемент бүрээр калибровкийн муруй байгуулна.

**40.5.3** Элемент хоорондын нөлөөллийн калибровка

Элементүүд хоорондоо калибровкийн нарийвчлалд мэдэгдэхүйц нөлөө үзүүлдэг, жишээ нь кальцид кали нөлөөлнө, үүнийг заавал засах хэрэгтэй. Элемент хоорондын засвар хийх бүрт нэмэлт калибровкийн үрэл, шахмалтай байх хэрэгтэй.

**40.5.4** Калибровкийн баталгаажуулалт

Шинжлэгдэж буй элементүүдийн калибровкийг хамгийн багадаа 1 нарийвчлал шалгах дээж, дубликат дээжийг шинжилж баталгаажуулна.

Стандарт загварын дээжээр шалгахдаа давтац, шинжилгээний дахин давтагдах чанар болон нарийвчлал зэргийг шалгана.

**40.6** Технологийн үйл явц

Дээжийн шинжилгээний дараалал нь дараах байдалтай байна:

1. 40.3 хэсгийн дагуу үрэл болон шахмалыг бэлдэх
2. 40.5.2-ын дагуу багажны тохиргоо хийх
3. Хайлуулсан үрэл болон шахсан үрэлний X-ray эрчим нь адилхан нөхцөлд хэмжигддэг. Хэмжигдсэн X-ray эрчим нь калибровкийн муруйндаа багтаж байх ёстой.
4. 40.5.2-ын калибровкийн тэгшитгэлийг ашиглаж хэмжигдсэн элементийн агуулгыг тооцоолно.

**40.7** Тооцоо болон үр дүнгийн илэрхийлэл

**40.7.1** Шахмал үрлийн үр дүн

40.6-р гаргаж авсан үр дүн нь массын хэсгийг илэрхийлнэ.

**40.7.2** Хайлуулсан үрэлний үр дүн

40.6-р гарсан үр дүн нь шатсан суурийн үр дүн. Шатаагүй дээжин дэх шатаалтын хорондлын үр дүнгийн дагуу, шатсан дээж нь суурь үр дүн рүү дараах томъёогоор шилжинэ.

w=wI\* (63)

Энд:

WI- штсан калибровкийн дээжний агуулга

w- шатаагүй калибровкийн дээжний агуулга

wLOI-шатаалтын хорогдлын массын хэсэг, %

1. Цементийн химийн шинжилгээ болон X-ray Флуоресценцийн

Шинжилгээний давтац ба дахин давтагдах чанар. Энэхүү стандартын давтац болон дахин давтагдах чанарыг массын хувиар илэрхийлсэн.

Давтагдах нөхцөлд, энэ стандартад заагдсан аргуудаар дээжийг шинжилсэн бол 2 шинжилгээний хоорондын зөрүү нь давтацын хязгаарт (Хүснэгт 1,2) багтсан байна. Хэрэв давтацын хязгаараас хэтэрсэн байвал, 3 дахь хэмжилтийг маш богино хугацааны дотор хийх ёстой ба үр дүн нь давтацын хязгаарт багтаж байх ёстой. Хэрэв багтахгүй бол шалтгааныг тогтоож, дахин туршилтыг хийнэ.

Дахин давтагдах нөхцөлд, 1 ижил дээжийг энэ стандартад заасан аргаар шинжилэхэд шинжилгээний үр дүн болон дундаж утгын зөрүү нь дахин давтагдах хязгаарт багтаж байх ёстой.

Химийн шинжилгээний аргын давтац болон дахин давтагдах чанарыг Хүснэгт1-т үзүүлсэн.

X-ray Флуоресценцийн шинжилгээний давтац ба дахин давтагдах чанарыг Хүснэгт 2-т үзүүлсэн.

Хүснэгт 1. Химийн шинжилгээний аргын давтац ба дахин давтагдах чанар

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Компонент  | Аргачлал  | Агуулга(%) | Давтац (%) | Дахин давтагдах чанар (%) |
| Шатаалтын хорогдол | Шатаах  |  | 0.15 | 0.25 |
| Үл уусах үлдэгдэл | Давсны хүчил, натрийн шүлтээр үйлчлэх | ≤3%＞3% | 0.100.15 | 0.100.20 |
| Сульфат | Барийн сульфатын гравиметрийн арга |  | 0.15 | 0.20 |
| Цахиур | Аммонийн хлоридын гравиметрийн арга |  | 0.15 | 0.20 |
| Төмрийн (III) Оксид | EDTA шууд титрлэлт |  | 0.15 | 0.20 |
| Хөнгөнцагааны оксид | EDTA шууд титрлэлт |  | 0.20 | 0.30 |
| Кальцийн оксид | EDTA шууд титрлэлт |  | 0.25 | 0.40 |
| Магнийн оксид  | Atomic absorption spectrometry |  | 0.15 | 0.25 |
| Титаны диоксид | Диантипирилметаны спектрофотометрийн арга |  | 0.05 | 0.10 |
| Натрийн оксид  | Дөлөн фотометрийн арга |  | 0.10 | 0.15 |
| Калийн оксид | Дөлөн фотометрийн арга |  | 0.05 | 0.10 |
| Хлорид  | Аммонийн тиоцианатын эзэлхүүний арга | ≤0.10%＞0.10% | 0.0030.010 | 0.0050.015 |
| Сульфид | Иодометр  |  | 0.03 | 0.05 |
| Манганы моноксид | Калийн периодатын спектрофотометрийн арга |  | 0.05 | 0.10 |
| Фосфорын оксид | Фосфор молибдены хөх сфм арга |  | 0.05 | 0.10 |
| Нүүрстөрөгчийн диоксид | Шөрмөнсөн чулууны абсорбцийн гравиметрийн арга | ≤5%＞5% | 0.200.30 | 0.350.45 |
| Цахиур-сонгомол арга | Калийн флуосиликатын эзэлхүүний арга |  | 0.20 | 0.30 |
| Төмрийн оксид-сонгомол арга | Фенантролины спектрофотометрийн арга  |  | 0.15 | 0.20 |
| Төмрийн оксид, сонгодог арга | Атом шингээлтийн спектрометр |  | 0.15 | 0.20 |
| Кальцийн оксид, сонгодог арга | Дээжийг натрийн гидроксидтой халуулах, ЭДТА-ын титрлэлтийн арга |  | 0.25 | 0.40 |
| Кальцийн оксид | Перманганатын титрлэлт |  | 0.25 | 0.40 |
| Магнийн оксид | ЭДТА-титрлэлтийн хасах арга  | ≤2%＞2% | 0.150.20 | 0.250.30 |
| Хүхрийн триоксид  | Иодометрийн арга |  | 0.15 | 0.20 |
| Хүхрийн триоксид | Ион солилцооны арга |  | 0.15 | 0.20 |
| Хүхрийн триоксид, сонгомол арга | Барийн хроматын спектрофотометрийн арга |  | 0.15 | 0.20 |
| Хүхрийн триоксид, сонгомол арга | Кулоны титрлэлт  |  | 0.15 | 0.20 |
| Натрийн оксид, сонгомол арга | Атом шингээлтийн спектрофотометр |  | 0.10 | 0.15 |
| Калийн оксид, сонгомол арга | Атом шингээлтийн спектрофотометр |  | 0.05 | 0.10 |
| Хлорид, сонгомол арга | Фосфорын хүчлийн нэрлэг-мөнгөн усны давсны титрлэлт | ≤0.10%＞0.10% | 0.0030.010 | 0.0050.015 |
| Манганы моноксид, сонгомол арга | Атом шингээлтийн спектрометр |  | 0.05 | 0.10 |
| Фторид  | Сонгомол электродын арга |  | 0.05 | 0.10 |
| Чөлөөт шохой, сонгомол арга | Глицерол- этанолын арга  | ≤2%＞2% | 0.100.20 | 0.200.30 |
| Чөлөөт шхой, сонгомол арга | Этилен гликолийн арга | ≤2%＞2% | 0.100.20 | 0.200.30 |

Хүснэгт2 . X-ray шинжилгээний аргын давтац ба дахин давтагдах чанар

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Компонент  | SiO2 | Al2O3 | Fe2O3 | TiO2 | CaO | MgO | SO3 | K2O | Na2O |
| Давтац, % | 0.20 | 0.20 | 0.15 | 0.05 | 0.25 | 0.15 | 0.15 | 0.10 | 0.05 |
| Дахин адавтагдах чанар, % | 0.25 | 0.30 | 0.20 | 0.10 | 0.40 | 0.25 | 0.20 | 0.15 | 0.10 |