**МОНГОЛ УЛСЫН СТАНДАРТ**

**Ангилалтын код 91.100.20**

|  |  |
| --- | --- |
| **Шаврын химийн шинжилгээний арга** | **MNS GB/T 16399 : 2019** |
|  | **GB/T 16399 : 1996** |

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.

Шаврын химийн шинжилгээний арга

GB/T 16399-1996

**1 Хамрах хүрээ**

Энэхүү стандарт нь шаврын химийн шинжилгээний тоног төхөөрөмжинд тавигдах шаардлагууд, урвалж бодисууд, туршилтын явц болон тооцоо хийх аргыг тодорхойлсон болно.

Энэхүү стандарт нь барилгын материал үйлдвэрлэлд ашиглагддаг шаврын химийн найрлагын шинжилгээнд хэрэглэгдэнэ.

**2 Туршилтад тавигдах үндсэн шаардлагууд**

**2.1** Химийн анализад хэрэглэгдэх жин нь 0,0001гр-ын нарийвчлалтай байна. Жинд тогтмол калибровка хийж шалгана.

**2.2** Химийн анализад ашиглагдах нарийн бюретка, хэмжээст колбо болон пипетка зэргийн хэмжээсийг нь шалгаж тохируулна.

**2.3** Химийн анализад хэрэглэгдэх ус нь нэрмэл эсвэл ионгүйжүүлсэн ус; багажит шинжилгээнд ашиглагдах ус нь давхар ионгүйжүүлсэн ус эсвэл түүнтэй тэнцэхүйц ионгүйжүүлсэн ус байх шаардлагатай. Урвалж бодисууд нь хамгийн багадаа шинжилгээний чанартай, тохиргоо хийхэд ашиглагдах урвалжууд нь стандарт урвалжууд байх ба стандарт уусмалуудыг тогтмол шалгаж байх шаардлагатай.

2.4 Урвалжуудыг дараах аргын дагуу бэлтгэнэ.

1+6 Давсны хүчил: 1 нэгж эзлэхүүн Давсны хүчлийг 6 нэгж эзлэхүүн устай холино,

20%-ийн Калийн гидроксидын уусмал: 20гр калийн гидроксидыг 100мл усанд уусгаж бэлтгэнэ,

2.5 Энэхүү стандартад, зарим компонентыг тодорхойлоход ашигласан хоёр арга нь хоёулаа хүчинтэй байж болно.

**3 Шинжлэх компонентууд**

Шатаалтын хорогдол: алдагдал;

Цахиурын давхар исэл SiO2

Хөнгөнцагааны исэл: Al2O3

Төмрийн (lll) исэл: Fe2O3

Титаны исэл: TiO2

Кальцийн исэл: CaO

Магнийн исэл: MgO

Калийн исэл: K2O

Натрийн исэл: Na2O

Хүхрийн гуравч исэл: SO3

**4 Дээж бэлтгэл болон дээж авах арга**

**4.1** Дээж нь дундаж найрлагыг төлөөлж чадахуйц бүрэн холилдсон байх хэрэгтэй.

**4.2** Дээж нь 0.088мм-ийн хэмжээ бүхий шигшүүрээр бүрэн шигшигдсэн байна. 50мм-ийн диаметер бүхий жинлэх саван дээр 5 гр дээжийг жинлэж авна. Жинлэх савыг 105-1100C-д тохируулсан зууханд хамгийн багадаа 2 цаг байлгаж, дараа нь хатаах зууханд хийнэ. Шинжилгээ хийхэд, дээжийг хатаагчаас гаргаж аль болох хурдан жинлэнэ.

* 1. Дээжийг 0.0002гр нарийвчлалтай жинлэнэ.

**5 Үр дүнгйин шинжилгээ, боловсруулалт**

**5.1** Нэг дээжинд зэрэгцээ шинжилгээ хийнэ. Хэрвээ шинжилгээний алдааны зөрүү нь (Хүснэгт 1)-т заагдсан зөвшөөрөгдөх зөрүүнээс хэтэрсэн байвал шинжилгээг дахин хийнэ. Хэрвээ зөрүү нь зөвшөөрөгдсөн хэмжээнд байвал уг хоёр утгын дунджийг авна. Дундаж утгыг авахдаа таслалаас хойш хоёр оронг авна.

**5.2** Хоосон туршилтыг дээжгүйгээр, ижил хэмжээний урвалж бодис ашиглан ижил процессоор явуулна.

Хүснэгт 1. Шинжилгээний үр дүнгийн алдааны зөвшөөрөгдөх хязгаар

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Бүрэлдэхүүн хэсэг | Агуулгын хязгаар\* % | Зөвшөөрөгдөх алдаа % | Агуулгын хязгаар\* % | Зөвшөөрөгдөх алдаа % |  |
| Алдагдал | 5-10 | 0.25 | 10-15 | 0.3 |  |
| SiO2 | 40-55 | 0.3 | 55-70 | 0.35 |  |
| Al₂O₃ | 10-25 | 0.3 | 25-40 | 0.35 |  |
| Fe₂O₃ | 0.1-1 | 0.06 | 1-2.5 | 0.1 |  |
| 2.5-4 | 0.15 | 4-6 | 0.2 |  |
| 6-10 | 0.25 |  |  |  |
| TiO₂ | 0.1-0.5 | 0.05 | 0.5-1.0 | 0.08 |  |
| 1-2 | 0.12 |  |
| CaO, MgO | 0.1-0.5 | 0.05 | 0.5-1.0 | 0.1 |  |
| 1-3 | 0.15 | 3-5 | 0.2 |  |
| K₂O, Na₂O | 0.1-0.5 | 0.06 | 0.5-1.0 | 0.1 |  |
| 1-3 | 0.15 |  |
| SO₃ | >0.1 | 0.05 |  |  |  |

\*Агуулгын хязгаар нь зөвхөн доод хязгаарыг хамарсан бөгөөд дээд хязгаар хамрагдаагүй болно.

**6 Шатаалтын хорогдол тодорхойлох**

**6.1** Аргачлал

Шатаалтын хорогдлыг гравиметрийн аргаар тодорхойлно.

Илрүүлэх муж 5%-15%

**6.2** Хураангуй

Дээжийг 10000С-д агаарт шатааснаар, нүүрсхүчлийн хий, ус зэрэг амархан исэлддэг элементүүд нь исэлдэж сална.

**6.3** Туршилитын үе шат

**6.3.1** Ойролцоогоор 1гр орчим дээжийг, урьдчилан шатааж жинг нь тогтмолжуулсан цагаан алтан тигельд жинлэж авна.

**6.3.2** Тигелийг өндөр температурын зууханд хийж, бага температураас аажмаар 10000С хүртэл халааж 1 цаг шатаана.

**6.3.3** Тигелийг дессикаторт тасалгааны темпелратуртай болтол хөргөнө.

**6.3.4** Шатаалтыг 20 минут тутмаар тогтмол болтол нь ахин давтана.

**6.4** Үр дүнгийн тооцоолол болон илэрхийлэл

Дараах томъёоллын дагуу шатаалтын хорогдлыг тооцож бодно.

(1)

Үүнд:

M1-тигель болон туршилтанд авсан дээжний жин, гр

M2-шатаасны дараах дээжний болон тигелийн жин, гр

M – туршилтанд авсан дээжний жин, гр

**7 Цахиурын давхар ислийг тодорхойлох**

**7.1** Аргачлал

**7.1.1** (Аргачлал А) Давсны хүчлээр усгүйжүүлэн шүүх колориметрийн арга

Хэмжилтийн хязгаар: 40%-70%

**7.1.2** (Аргачлал Б) Калийн флуоросиликатын эзлэхүүний арга

Хэмжилтийн хязгаар: 40%-70%

**7.2** (Аргачлал А) Давсны хүчлээр усгүйжүүлэн шүүх колориметрийн арга

**7.2.1** Аргын үндэслэл

Дээжийг натрийн карбонатад уусгаж, давсны хүчлээр хандлаад ууршуулж хатаасны дараагаар давсны хүчлээр уусамтгай давсыг уусгана. Тунадасыг шүүж, шатаахад силикатад шилжинэ. Хайлуур хүчил- хүхрийн хүчлээр үйлчилснээр силикат нь цахиурын тетрафторидод шилжинэ. Хайлуур хүчлээр үйлчилсэний өмнөх болон дараах чанарын ялгаа нь силикатын агуулга юм (тунадас).

Фильтратад байгаа силикатийн давхар ислийг цахиур-молибдений хөх спектрофотометрийн аргаар тодорхойлно. Уг хоёрын нийлбэр нь дээжинд агуулагдах силикатийн хэмжээ болно.

**7.2.2** Урвалжууд

1. Усгүй натрийн карбонат;
2. Калийн пирофосфат;
3. Давсны хүчил ( нягт: 1.19гр/мл);
4. Давсны хүчил (1+6);
5. Давсны хүчил (1+9);
6. Давсны хүчил (5+95);
7. Хүхрийн хүчил (нягт: 1.84 гр/мл);
8. Хүхрийн хүчил (1+1);
9. Хайлуур хүчил (40%);
10. Мөнгөний нитратийн уусмал (1%): хүрэн шилэнд агуулна;
11. Аммоний молибдатийн уусмал (5%);
12. Аскорбиний хүчлийн уусмал(2%);
13. Натрийн гидроксидийн уусмал(10%);
14. Калийн фторидийн уусмал(2%);
15. 0.5% п-нитрофенол индикаторийн спиртэн уусмал;
16. 95% этанолын уусмал;
17. Цахиурын стандарт уусмал(0.5гр/мл);

0.5000 гр цахиур(Спектрийн цэвэр урвалж, 10000С-д 2 цагийн турш шатааж хөргөсөн)-ийг жинлэн авч 3гр-ийн усгүй натрийн карбонат агуулсан цагаан алтан тигельд хийнэ. Тунгалаг болтол нь хайлуулаад үргэлжлүүлэн 7-10 минутад тасалгааны температуртай болтол хөргөнө. 300мл-ийн стаканд 150 мл халуун ус хийж хайлшийг уусгана. Уусмалыг сайтар хутгана. Тасалгааны температур хүртэл хөрсний дараагаар, уусмалыг 1000мл-ийн хэмжээст колбо руу шилжүүлж метклээд, дараа нь хуванцар саванд хийж хадгална.

1. Цахиурын стандарт колориметрийн уусмал (0.1мг/мл)

**7.2.2** 250 мл-ийн хэмжээст колбонд (17)-д бэлдсэн уусмалаас 50 мл-ийг таслан авч метклээд, хуванцар саванд хадгална.

**7.2.3** Аппарат

Спектрофотометр

**7.2.4** Туршилтын явц

**7.2.4.1** Цагаан алтан тигельд дээжнээс 0.5гр хэмжээтэйгээр жинлэн авч 2 гр усгүй натрийн карбонаттай жигд холин холимогийг 1гр натрийн карбонатаар бүрхэнэ.

**7.2.4.2** Тигелийг таглан зууханд хийн 9600С хүртэл жигд халаан, өнгөгүй болтол нь 10-15 минутад үргэлжлүүлэн хайлуулна. Хайлшийг жигд эргүүл, дотор хана дагуу тарааж хөргөнө.

**7.2.4.3** Хайлшийг халуун устай цагаан алтан таваг (эсвэл шаазан таваг)-д урсгана.

**7.2.4.4** Тавгийг таглаад, 10мл давсны хүчлийг (1+1) нэмж хайлшийг уусгана. Дараагаар нь хайлшийг багахан хэмжээний давсны хүчил болон халуун усаар угааж ууршуулах аяганд хийнэ.

**7.2.4.5** Тавгийг усан баннд байршуулж давсны хүчилгүй болтол нь ууршуулж хөргөнө.

**7.2.4.6** 10 мл давсны хүчил хийгээд 5 мин орчим хүлээсний дараагаар 50-60мл халуун ус нэмээд давсыг уустал хутгана. Уусмалыг дундаж хэмжээний шүүлтүүр цаас ашиглан 250мл-ийн хэмжээст колбонд халуун давсны хүчил (5+95), халуун ус ашиглан 10-12 удаа хлоридийн ионгүй болтол нь (мөнгөний нитратийн туршилтаар шалгана) угааж шүүнэ.

**7.2.4.7** Тунадас болон шүүлтүүрийн цаасыг авч цагаан алтан тигельд хийгээд дээрээс нь 4-5 дусал хүхрийн хүчил (1+1) нэмээд цахилгаан зууханд хийж шүүлтүүрийн цаасыг хатаж бүрэн үнсжтэл нь шатаана.

**7.2.4.8** 10000С температурт тогтмол жинтэй болтол нь шатаана.

**7.2.4.9** Тунадасыг усаар зайлж, 4 дусал хүхрийн хүчил(1+1) болон 5-7 мл фторт устөрөгчийн хүчил нэмж, бага температурт цахилгаан зуухан дээр ууршуулж, туршилтыг дахин нэг давтан явуулна. Температурыг жигд өсгөж үлдэгдэлд агуулагдах сулфурийн триоксидийг ууршуулж, 10000С-д тогтмол жинтэй болтол нь шатаана.

**7.2.4.10** Үлдэгдэлтэй тигель дээр ойролцоогоор 2-3 гр калийн пиросульфат хийж, таглана. Урвал явагдаж дуустал жигд бага галаар халааж, өндөр температурт 3-5 минут байлгаж дараагаар нь хөргөнө.

**7.2.4.11** Хайлшийг халуун усаар угааж, тигель болон таглааг угаан, 7.2.4.6-ийн фильтраттай хольж хэмжээс хүртэл нэмээд зөөлөн хутгана. Энэ нь уусмал (А) бөгөөд SiO2, Al2O3, Fe2O3, TiO2, CaO, MgO тодорхойлоход ашиглагдана.

**7.4.4.12** 100мл-ийн хуванцар стаканд 25 мл (А) уусмалаас таслаж аваад, 2%-ийн 5мл калийн фторидийн уусмал нэмж, сайтар хутгаж 7-10 минут орчим амраана. 1 дусал п-нитрофенол индикатор нэмж, 10%-ийн натрийн гидроксидыг уусмалыг шар өнгөтэй болтол нь нэмнэ. 8 мл давсны хүчил(1+6) 100мл-ийн хэмжээст колбонд нэмж хийгээд 95%-ийн 8мл этанол уусмал, 4мл 5%-ийн хүчлийн уусмал нэмнэ. 20-300С-д 15 минут орчим байлгана. 15мл давсны хүчил(1+1) нэмнэ. Үүний дараагаар 90мл болтол нь ус хийгээд 5мл 2%-ийн аскорбиний хүчлийн уусмал нэмээд тэмдэглэгээ хүртэл нь ус хийж хутгана. Хоосон дээжтэй харьцуулж, уусмалын гэрэл шингээлтийг спектрофотометрийг ашиглан 700нм долгионы уртад 5мм кюветээр хэмжинэ.

**7.2.4.13** Цахиурын калибровкийн муруй байгуулах

8мл давсны хүчил (1+6), ойролцоогоор 10 мл усыг 100мл-ийн хэмжээст колбонд хийж, 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00, 8.00мл цахиурын стандарт колориметрийн уусмалаас тус тус хийж (SiO20.1мг/мл), 8 мл-ийн 9%-ийн этанолын уусмал, 4 мл-ийн 5%ийн аммоны молибдетийн уусмал нэмнэ. 20-300С-д 15 минут амраана. 15 мл-ийн (1+1)давсны хүчлийн уусмалаас нэмж, 90 мл хүртэл усаар дүүргэж 5 мл-ийн 2%-ийн аскорбиний хүчлийн уусмал нэмнэ. Тэмдэглэгээ хүртэл нь усаар дүүргээд сайтар сэгсэрнэ. 1 цагийн дараагаар хоосон дээжтэй харьцуулж, уусмалын шингээлтийг 700нм долгионы уртад 5мм-ийн кювет ашиглан хэмжинэ. Хэмжилтийн үр дүнгээр калибровкийн муруйг байгуулна.

**7.2.5** Үр дүнгийн тооцоолол болон илэрхийлэл

Дараах томъёоллын дагуу агуулагдаж буй цахиурыг тооцож бодно.

(2)

Үүнд:

M1-шатаасан тунадас болон тигелийн жин, хайлуур хүчлийн үйлчлэлгүй, граммаар;

M2- шатаасан тунадас болон тигелийн жин, хайлуур хүчлйин үйлчлэлтэй, граммаар;

M-дээжний жин, граммаар;

C-калибровкийн муруйнаас авсан цахиурын агуулга, мл/100 мл;

**7.3** Калийн флуоросиликатын эзлэхүүний арга

**7.3.1** Зарчим

Илүүдэл фторид болон калийн ионы үйлчлэлээр Калийн фтортсиликат (K2SiF6)-ын тунадас үүсдэг. Тунадасыг шүүж, угааж, үлдэгдэл хүчлийг саармагжуулсны дараа буцламтгай халуун ус нэмж, калийн флуоросиликатыг гидролизод оруулж, хайлуур хүчил үүсгэнэ. Фенолфталейнийг индикатортойгоор натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар титрлэнэ.

**7.3.2** Урвалжууд

(1) Калийн гидроксид;

(2)Азотын хүчил (нягт: 1.42гр/мл);

(3)Давсны хүчил (1+1);

(4)Калийн хлорид;

(5)Калийн фторидийн уусмал(15%);

(6) Калийн фторидийн уусмал (5%);

(7)5%ийн калийн хлорид-этанолын уусмал;

(8) Фенолфталейн индикатор (1%);

(9)Натрийн гидроксид стандарт уусмал (с(NaOH)=0.15мол/л);

*Бэлтгэл:*

30гр натрийн гидроксидийг (NaOH) усанд уусгаж, 5л эзэлхүүнтэй болтол усаар дүүргэж сэгсрээд, таглаатай хуванцар саванд (натрийн шохой агуулсан хатаах гуурс), эсвэл хатуу шилэн саванд хадгална.

Стандартжуулалт: 0,6гр калийн гидрофталат (KHC8H4O4, стандарт урвалж)-ыг буцалсан хүйтэн устай 400мл-ийн хэмжээст колбонд 150мл хийж, натрийн гидроксидоор саармагжуулж, фенолфталейн (10 дусал 1%ийн уусмал) индикатортойгоор натрийн гидроксидын стандарт уусмалаар титрлэнэ.

Натрийн гидроксидын стандарт уусмалаар цахиурын титрийг тогтоох:

(3)

Үүнд:

TSiO2- Цахиурын титр, мг/мл

m- калийн гидрофталатын масс, гр

60.08-цахиурын ислийн молийн масс

V-титрлэлтэнд орсон натрийн гидроксидийн стандарт уусмалын хэмжээ, мл

204.22- калийн гидрофталатын молекул масс

4-шилжүүлэх коэффициент

**7.3.3** Шинжилгээний үе шат

**7.3.3.1** 0.1гр дээжийг никел эсвэл мөнгөн тигельд жинлэн аваад ойролцоогоор 3гр калийн гидроксид нэмнэ.

**7.3.3.2** Эхлээд бага температурт хайлуулаад хайлшийг сэгсэрнэ. Дараа нь 600-7000С-д 15-20 минутийн турш хайлуулна. Тигелийг эргүүлж хайлуурын дотор хана дагуу жигд тараан наалдуулна.

**7.3.3.3** Хөргөөд хайлшийг халуун усаар 300мл-ийн хуванцар саванд урсгаж хйинэ.

**7.3.3.4** Цагийн шилээр таглаж, 15мл-ийн концентрацитай азотын хүчлийг нэмж, бага хэмжээний давсны хүчил (1+1) болон усаар тигелийг угааж хуванцар стакан руу хийнэ. Туршилтын уусмалыг ойролцоогоор 60мл байхаар тохируулж, тасалгааны температуртай болтол хөргөнө.

**7.3.3.5** Хутгаж байх зуураа калийн хлоридийг бүрэн ханатал (бүрэн ханах концентраци 0.5-1 гр) нь нэмж хийгээд хутгах явцдаа 10мл-ийн 15%-ийн фторжуулсан калийн уусмал бага багаар нэмнэ . 7-10 минут амраана.

**7.3.3.6** Хуванцар юүлүүр эсвэл тосолгоотой шилэн юүлүүрт хурдан шүүдэг шүүлтүүрийн цаас ашиглан шүүж, хуванцар стаканыг 5%ийн калийн хлоридийн уусмалаар 2-3 удаа, шүүлтүүрийн цаасыг 1 удаа угаана.

**7.3.3.7** Шүүлтүүрийн цаасыг тунадастай хамт авч анхны стаканд хийгээд 5-7мл-ийн калийн хлорид- этанолын уусмал, 15 дусал фенолфтлейн индикаторийн уусмалыг стаканы хана дагуулан хийнэ. Шүүлтүүрийн цаасыг дэлгэж, угаагдаагүй хүчлийг натрийн гидроксидын стандарт уусмалаар саармагжуулна. Туршилтын уусмал болон фильтрийн цаасан дээрх улаан өнгө арилахгүй болтол болгоомжтой сэгсэрнэ.

**7.3.3.8** 200-250мл буцлам халуун ус нэмээд (буцалсных нь дараагаар натрийн гидроксид ашиглан саармагжуулна), натрийн гидроксидийн стандарт титрийн уусмал ашиглан уусмалын өнгө улаавтар болтол нь титрлэлтийг явуулна.

**7.3.4** Тооцоолол болон үр дүнгийн илэрхийлэл

Цахиурын агуулгыг тооцоолон бодох нь:

(4)

Үүнд

TSiO2- натрийн гидроксидын стандарт уусмалаар тогтоосон цахиурын титр, мг/мл;

V- титрлэлтэнд орсон натрийн гидроксид стандарт уусмалын эзлэхүүн, мл;

m- дээжийн жин, гр;

**8 Хөнгөн цагааны исэл**

**8.1** Аргачлал

**8.1.1** Цайрын ацетатын титрлэлт (Арга А)

Хэмжих хязгаар: 10%-40%

Хамрах хүрээ: 2%-оос бага Fe2O3-ийн агуулгатай шавар

**8.1.2** Зэсийн сульфатын титрлэлт(Арга Б)

Хэмжих хязгаар: 10%-40%

Хамрах хүрээ: 2%-оос их Fe2O3-ийн агуулгатай шавар

**8.2** Урвалжууд

* 1. Холимог флакс: 2 нэгж эзлэхүүн бүхий усгүй натрийн карбонатыг 1нэгж эзлэхүүн бүхий усгүй натрийн тетрабораттай холино;
  2. Давсны хүчил(нягт: 1.19 гр/мл);
  3. Аммиак (1+1);
  4. Давсны хүчил (1+1);
  5. Семиксинол оранж индикатор(0.2%);
  6. Гексаметилен тетра аминий уусмал(20%);
  7. П-нитрофенол индикатор (0.5%);
  8. ПАН индикатор (0.2% этанолийн уусмал);
  9. Цууны хүчил- натрийн ацетатын буфер уусмал(pH=4.3): 42.3 гр усгүй натрийн ацетатыг усанд уусгаад, 80мл мөсөн цууны хүчил хийгээд 1л болтол нь усаар дүүргэж сайн сэгсэрнэ;
  10. Хөнгөн цагааны ислийн стандарт уусмал (1гр/мл)

0,5292гр нунтаг метал хөнгөн цагаан(99.99%)-ыг 250мл стакан руу хийгээд 20мл давсны хүчил (1+1) нэмж, уусах хүртэл нь халааж, хөргөөд 1000мл-ийн хэмжээст колбо руу шилжүүлээд, хэмжээс хүртэл нь ус хийн сайн холино;

* 1. Этилендиамин тетра-ацетат (EDTA) стандарт титрийн уусмал (cEDTA=0.015 мол/л)

5. 58гр EDTA-г 200мл усанд уусгаж, уустал нь халаагаад дараа нь хөргөнө. 1л хүртэл нь усаар дүүргэж, сайн холино;

* 1. Цайрын ацетатын стандарт уусмал (с|Zn(Ac)2|=0.01мол/л)

2.2гр Цайрын ацетат |Zn(Ac)2\*2H2O|-ийг жинлэн авч 1 л усанд уусган, рН орчныг ойролцоогоор 5.7 хүртэл цууны хүчил нэмж өөрчилнө

EDTA стандарт титрийн уусмал, цайрын ацетат стандарт титрийн уусмал эзлэхүүний калибровка (K1);

Бюреткаар 10мл 0.015мол/л EDTA стандарт титрийн уусмалыаас 400мл-ийн стакан руу хийж 150мл орчим болохоор ус нэмж хийн, 5мл-ийн гексаметилен тетра амины уусмал(20%) нэмж, дараагаар 3-4 дусал семи ксиленолын оранж индикатор нэмж, цайрын ацетатын титрийн стандарт уусмалаар уусмалыг шар өнгөтэйгөөс хөх ягаан өнгөтэй болтол нь титрлэнэ.

К1-ийг дараах томъёогоор бодох олно.

(5)

Үүнд

10.00 - EDTA стандарт титрийн уусмалын эзлэхүүн, мл

*V*-титрлэлтэнд орсон цайрын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл

(EDTA) стандарт уусмалын хөнгөн цагааны исэл (TAl2O3)-ийг титрлэх титрийг дараах байдлаар тохируулна:

10мл-ийн 1мг/мл-ийн хөнгөн цагааны ислийн стандарт уусмалыг 300мл-ийн стакан руу маш нарийвчлалтайгаар таслаж аваад, дээр нь 25.00мл-ийн (EDTA) стандарт титрлэх уусмал(0.015мл/л), 1-2 дусал 0.2%-ийн семи ксиленолын оранж индикатор нэмж, 40-500С хүртэл халааж, (1+1) аммиакыг уусмалыг нил ягаан өнгөтэй болтол дусааж, давсны хүчил (1+1)-ийг 1-2 дуслаар нэмж шар өнгөтэй болгоно. 3-5 минут зөөлөн буцалгаж, хөрсний дараагаар 150мл хүртэл ус хийн 5мл-ийн гексаметилен тетра аминий уусмал болон 3-4 дусал семи ксиленолын оранж индикатор нэмж(0.2%), өнгийг нь шараас хөх ягаан өнгөтэй болтол нь 0.01мл-ийн цайрын ацетатын стандарт титрийн уусмалаар титрлэнэ.

(EDTA) стандарт уусмалаар хөнгөнцагааны титрийг дараах томъёогоор бодож олно:

(6)

Үүнд

*T*Al2O3-(EDTA) стандарт уусмалын хөнгөн цагааны ислийн титр, мл/мг;

V1- хөнгөн цагааны ислийн стандарт уусмалын эзлэхүүн, мл;

С- хөнгөн цагааны ислийн стандарт уусмалын концентраци, мг/мл;

V2-(EDTA) стандарт уусмалын эзлэхүүн, мл;

V3- илүүдэл (EDTA) стандарт уусмалыг титрлэх цайрын ацетатын эзлэхүүн, мл;

*K*1-(EDTA) стандарт уусмалын эзлэхүүнийг цайрын ацетатын стандарт уусмалын эзэлхүүнд харьцуулсан харьцаа;

* 1. Зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмал (c(CuSO4)=0.01мол/л)

2.5 гр (CuSO4\*5H2O)-ийг усанд уусгаж, 4-5 дусал хүхрийн хүчил(1+1) –ийг нэмж, 1л болтол нь усаар дүүргэж, сайтар хутгана.

(EDTA) стандарт уусмал, зэсийн сульфат стандарт уусмалын эзэлхүүний тохируулга (K2):

400мл-ийн стаканд бюреткаар10мл-ийн 0.015мол/л EDTA стандарт уусмалаас таслан авч, ойролцоогоор 200мл орчим эзэлхүүнтэй болгож, 15мл-ийн натрийн ацетат буфер уусмал (pH=4.3) нэмж, буцалтал нь халаагаад хөрснийх нь дараагаар 5-6 дусал ПАН индикатор (0.2%-ийн этанолийн уусмал) нэмж, зэсийн сульфатын титрийн стандарт уусмалаар уусмалыг тод чернилэн ягаан өнгөтэй болтол титрлэнэ.

К2-ийг дараах томъёогоор бодох олно.

(7)

Үүнд

10.00- EDTA стандарт титрийн уусмалын эзлэхүүн, мл;

*V*2-титрлэлтэнд орсон зэсийн сульфатийн стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл;

**8.3** Дээж уусмалын бэлтгэл

**8.3.1** 0.5 гр дээжийг цагаан алтан тигельд жинлэн авч хийж, ойролцоогоор 2гр холимог флакстэй хольж, нэмж 1гр орчим холимог флакс-р бүрхэнэ.

**8.3.2** Багахан зай үлдээж таглаад тасалгааны температураас эхлэн 9600С хүртэл халааж хайлуулан, нүүрсхүчлийн хийг боловсруулахаас сэргийлж 7-10минут үргэлжлүүлэн хайлуулна. Зуухнаас гаргаад тигелийг эргүүлж, хайлшийг тигелийн ханаар жигд тархааж, тасалгааны температур хүртэл хөргөнө.

**8.3.3** Тигелээс хайлшийг 100мл-ийн халуун ус агуулсан стакан руу хийж, зөөлөн болтол уусгана, хатуу хэсгүүдийг шилэн савхаар хагална. 10мл концентрацитай давсны хүчлийг нэмж, уустал нь сайтар хутган, нүүрсхүчлийн хийн хөөсийг ялгаруулахын тулд цахилгаан зууханд хийнэ. Тигель болон тагийг усаар угааж хөргөнө.

**8.3.4** Уусмалыг 250 мл-ийн хэмжээст колбо руу юүлж, тэмдэглэгээ хүртэл нь усаар дүүргэж, сайтар холино. Энэхүү уусмал(Б) нь Al2O3, Fe2O3, TiO2, CaO болон MgO-г тодорхойлоход хэрэглэгдэнэ.

**8.4** Цайрын ацетатын титрлэлт (арга А)

**8.4.1** Зарчим

Туршилтын уусмалаас таслаж аваад, илүүдэл (EDTA) стандарт уусмал нэмнэ. Сул хүчиллэг орчинд хөнгөнцагаан, төмөр болон титан нь EDTA-тай комплекс үүсгэх ба, илүүдэл ЭДТА-г цайрын ацетатаар титрлэж, хөнгөн цагааны оксидын агуулгыг олно.

**8.4.2**  300мл-ийн стаканд с25мл уумал А эсвэл Б-г таслан авч, 0.015 мол/л илүүдэл (EDTA) стандарт уусмалыг нэмнэ(хөнгөн цагааны ислийн концентрациас хамаарч ондоо байх боловч ерөнхийдөө 10мл-ийг нэмэх нь тохиромжтой байдаг). 1-2 дусал 0.2%-ийн семиксиленолийн оранж индикатор нэмж, 40-500С хүртэл халааж, (1+1) аммиакыг уусмалыг нил ягаан өнгөтэй болтол нь бага багаар дусааж, дараагаар нь (1+1) давсны хүчлийг шар өнгөтэй болтол нэмж, илүүдлээр 1-2 дуслыг нэмнэ. 3-5 минут зөөлөн халаана. Хөргөсний дараагаар 150мл усаар шингэлж, 5мл-ийн 20%-ийн гексаметилинтетраминий уусмал болон 3-4 дусал семиксиленолийн индикатор(0.2%) нэмж, 0.01 мол/л цайрын ацетатаар шараас нил ягаан болтол нь титрлэнэ.

**8.4.3** Тооцоолол үр дүнгийн илэрхийлэл

Хөнгөн цагааны ислийн массын хувийг дараах томъёогоор бодож олно:

(8)

Үүнд

V-(EDTA) стандарт уусмалын эзлэхүүн, мл;

V1-цайрын ацетатын стандарт уусмалын эзлэхүүн, мл;

K1-(EDTA) стандарт уусмал болон цайрын ацетат стандарт уусмалын эзлэхүүний стандарт тохируулга;

*T*Al2O3-(EDTA) стандарт уусмалын хөнгөн цагааны ислийн титр, мг/мл;

m-дээжийн масс, гр;

0.6381- титаний давхар ислээс хөнгөн цагааны исэл рүү шилжүүлэх коэффициент;

X1-дээжинд агуулагдах титаний давхар ислийн агуулга, %;

0.6384- төмрийн (III) ислээс хөнгөн цагааны исэл рүү шилжүүлэх коэффициент;

X2-дээжинд агуулагдах төмрийн (III) ислийн агуулга, %;

**8.5** Зэсийн сульфатын титрлэлт (Арга Б)

**8.5.1** Зарчим

Уусмалд төмөр титрлэсний дараагаар EDTA уусмалыг хөнгөн цагаан болон титанй уусмал дээр илүүдлээр нэмж хийнэ. ПАН (pH =4) индикатортой зэсийн сульфатийн стандарт уусмалаар илүүдэл EDTA-г титрлэнэ.

**8.5.2** Туршилтын явц

0.015мол/л-ийн илүүдэл EDTA стандарт уусмалаас 10мл-ийг төмрийн титрлэлт хийгдсэн уусмалд (хөнгөн цагааны ислийн концентрациас хамаарч ондоо байх боловч ерөнхийдөө 10мл-ийг нэмэх нь тохиромжтой байдаг) хийнэ. 200мл усаар уусмалыг шингэлж, дараагаар нь 70-800С хүртэл халааж, 15мл-ийн цууны хүчил-натрийн ацетатын буфер уусмал(pH=4.3) нэмээд буцалтал нь халаагаад 3-5 минутын турш байлгаж байгаад 4-5 дусал ПАН индикатрийн уусмал нэмж, зэсийн сульфатийн стандарт уусмалаар уусмалыг цайвар ягаан өнгөтэй болтол титрлэнэ.

**8.5.3** Тооцоолол үр дүнгийн илэрхийлэл

Хөнгөн цагааны ислийн массын хувийг дараах томъёогоор бодож олно:

(9)

Үүнд

*T*Al2O3-(EDTA) стандарт уусмалын хөнгөн цагааны ислийн титрлэх титр, мг/мл;

V-(EDTA) стандарт уусмалын эзлэхүүн, мл;

V1- зэсийн сульфатын стандарт уусмалын эзлэхүүн, мл;

K2-(EDTA) стандарт уусмал болон цайрын ацетат стандарт уусмалын эзлэхүүний стандарт тохируулга;

n-нийт дээж уусмал болон авсан дээж уусмалын эзлэхүүний харьцаа;

0.6381-титаний давхар ислээс хөнгөн цагааны исэл рүү шилжүүлэх хувиргалтын коэффициент;

X- дээжинд агуулагдах титаний давхар ислийн агуулга, %;

m- дээжийн масс, гр;

**9 Төмрийн (III) ислийг тодорхойлох**

**9.1** Аргачлал

**9.1.1** (Арга А) Калийн тиоцианидийн колориметрийн арга

Хэмжих хязгаар: 0.1%-2%

**9.1.2** (Арга Б) EDTA шууд титрлэлтийн арга

Хэмжих хязгаар:≥2%

**9.2** (Арга А) Калийн тиоцианидийн колориметрийн арга

**9.2.1** Зарчим

Азотын хүчлийн орчинд төмрийн ион ба тиоцианатын ион нь улаан комплекс үүсгэдэг. Түүний шингээлтийг спектрофотометрээр 520 нм долгионы уртад хэмжинэ.

**9.2.2** Урвалжууд

(1) Давсны хүчил (1+1);

(2) Азотын хүчил (нягт: 1.42гр/мл);

(3) Устөрөгчийн хэт исэл (30%);

(4) Калийн тиоцианатын уусмал (20%);

(5) Төмрийн ислийн стандарт уусмал (1 мг / мл);

1.0000г, 105-110 ℃-д 2 цагийн турш хатаасан төмрийн оксидийг (спектрийн цэвэршилттэй) 250 мл-ийн шилэн стаканд жинлэн авна. 20 мл (1 + 1) давсны хүчил нэмнэ. Бага температурт уусгаж, дараагаар нь уусмалыг хөргөнө. 1000 мл-ийн хэмжээст колбонд шилжүүлэн, тэмдэглэгээ хүртэл нь усаар дүүргэж, сайтар холино.

(6) Төмрийн (III) ислийн стандарт колориметрийн уусмал (0.1 мг / мл)

50 мл 9.2.2 (5) төмрийн исэлийн стандарт уусмалыг 500 мл-ийн хэмжээст колбонд пипеткаар таслан авч, хэмжээс хүртэл усаар дүүргээд сайтар холино.

**9.2.3** Төхөөрөмж

Спектрофотометр

**9.2.4** Шинжилгээний үе шат

**9.2.4.1** 10-50 мл (дээжинд байх төмрийн ислийн агууламжаас хамаарч) 7.2.4.11 уусмал (A) эсвэл 8.3.4 уусмал (Б)-ийг 100 мл-ийн хэмжээст колбонд таслан авч, 50 мл хүртэл усаар дүүргэнэ.

**9.2.4.2** 2 мл концентрацитай азотын хүчил, 1 дусал 30%-ийн устөрөгчийн хэт исэл, 15 мл 20%-ийн калийн тиоцианатын уусмалуудыг (тус бүрийг сэгсэрч) нэмж, хэмжээс хүртэл усаар метклээд сэгсэрч, 20 минутын турш амраана.

**9.2.4.3** Хоосон дээжтэй харьцуулж спектрофотометр дээр 1 см-ийн кюветээр 520 нм долгионы уртад гэрэл шингээлтийг хэмжинэ.

**9.2.5** Жиших муруйг байгуулах

0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00, 3.50, 4.00, 4.50 болон 5.00 мл-ийн төмрийн ислийн стандарт колориметрийн уусмалаас пипеткаар 100мл-ийн хэмжээст колбонуудад тус бүрчлэн хийж, бүгдэд нь 50мл хүртэл ус дүүргэж хийнэ. Дараагаар нь 9.2.4.2 зааврын дагуу гүйцэтгэнэ. Хоосон дээжтэй харьцуулж спектрофотометр дээр 1 см-ийн кюветээр 520 нм долгионы уртад шингээлтийг хэмжинэ. Стандарт муруйг байгуулна.

**9.2.6** Тооцоолол болон үр дүнгийн илэрхийлэл

Агуулагдах төмрийн (III) ислийг дараах томъёогоор олно:

(10)

Үүнд:

m1 - стандарт муруйгаас авсан төмрийн ислийн агууламж, мл/100мг;

m2 - шинжилгээний дээжийн масс, граммаар;

V1 – туршилтанд авсан уусмалын эзлэхүүн, мл;

V - сорилын уусмалын нийт эзэлхүүн, мл;

**9.3** (Арга Б) EDTA шууд титрлэлтийн арга

**9.3.1** Зарчим

рН 1.5-1.7 орчинд, натрийн сульфосалицилат индикатортой, EDTA стандарт титрлэлтийн уусмалаар титрлэнэ.

**9.3.2** Урвалжууд

(1) Аммиак (1 + 1);

(2) Сульфожуулсан натрийн салицилатын индикатор (10%);

(3) калийн гидроксидын уусмал (20%);

(4) CMP холимог индикатор: 1 г кальцеин, 1 г метил тимол хөх, 0.2г фенолфталеин 50г калийн нитрат (105-110 ℃ хатаасан байна) холино. Нунтаглаж нунтаглах саванд хийнэ.

(5) Кальцийн ислийн стандарт уусмал (0.5 мг / мл): 0,8924 г кальцийн карбонат (жишиг урвалж) жинлэн авч, 250 мл-ийн шилэн стаканд хийж, ойролцоогоор 100 мл ус нэмнэ. Гадаргуу дээр шилэн таваг тавьж таглан, дусаагуураар хлорт устөрөгч (1 + 1) кальцийн карбонатыг уустал нэмнэ. 2-3 мин халааж, тасалгааны температурт хөргөсний дараа уусмалыг 1000 мл хэмжээст колбонд шилжүүлэн, тэмдэглэгээ хүртэл усаар дүүргэж сайтар холино.

(6) EDTA стандарт титрлэлтийн уусмал (cEDTA = 0.005 моль / л): 1.86г EDTA-ийг жинлэн, 200 мл ус нэмж, уусгахын тулд халааж, хөрсөнийх нь дараагаар, 1л хүртэл усаар дүүргэж, сайтар холино.

Төмрийн исэл, кальцийн исэл, магнийн ислийн титрийг EDTA жиших муруйн стандарт титрийн уусмалаар дараах аргаар тодорхойлно:

Кальцийн ислийн стандарт уусмал 10 мл-ийг 300 мл-ийн шилэн стаканд хийж, 200 мл хүртэл ус хийж, 20%-ийн калийн гидроксидын уусмалыг pH ойролцоогоор 12 болтол хийгээд, илүүдлээр 2 мл нэмж, CMP инднкатортой ЭДТА стандарт титрийн уусмалаар (0.005 моль / л) титрлэнэ.

Төмрийн исэл, кальцийн исэл, магнийн исэлийн титрлэх EDTA стандарт уусмалын титрийг дараах томъёогоор олно:

(11)

Үүнд

TFe2O3-(EDTA) стандарт уусмалын төмрийн ислийн титрлэх титр, мг/мл;

TCaO-(EDTA) стандарт уусмалын кальцийн ислийн титрлэх титр, мг/мл;

TMgO-(EDTA) стандарт уусмалын магнийн ислийн титрлэх титр, мг/мл;

c-кальцийн ислийн стандарт уусмалд агуулагдах кальцийн ислийн хэмжээ, мг;

*V*1-кальцийн оксидын стандарт уусмалын эзэлхүүн, мл;

*V2*-(EDTA) стандарт уусмалын эзлэхүүн, мл;

MFe2O3-Fe2O3-ийн моль масс, 159.69;

MCaCO3- CaCO3-ийн моль масс, 100.09;

MCaO-CaO-ийн моль масс, 56.08;

MMgO- MgO-ийн моль масс, 40.30;

**9.3.3** Туршилтын явц

**9.3.3.1** 25-50 мл(дээж дэх төмрийн ислийн агууламжаас хамаарч) 7.2.4.11 уусмал (А) эсвэл 8.3.4 уусмал (Б)-ийг шилэн дусаагуур ашиглан 300 мл-ийн хэмжээст колбонд хийнэ. 10%-ийн натрийн сульфосалицилат индикаторыг 15 дуслыг нэмж, 100 мл хүртэл усаар дүүргэж, рН-ийг 1.5-1.7 аммиак (1 + 1) нэмж тохируулна.

**9.3.3.2** 70-80 ℃ хүртэл халааж, уусмалыг 005 моль / л-ийн EDTA уусмалаар өнгө нь нил ягаанаас цайвар шар өнгөтэй болтол нь титрлэнэ.

**9.3.4** Тооцоолол болон үр дүнгийн илэрхийлэл

Агуулагдах төмрийн (III) ислийг дараах томъёогоор олно:

(12)

Үүнд

TFe2O3-(EDTA) стандарт уусмалын төмрийн ислийн титрлэх титр, мг/мл;

*V1*-(EDTA) стандарт уусмалын эзлэхүүн, мл;

m- шинжилгээний дээжийн масс, граммаар;

V2 – шинжилгээнд авсан уусмалын эзлэхүүн, мл;

V - сорилын уусмалын нийт эзэлхүүн, мл;

**10 Титаны давхар ислийг тодорхойлох**

**10.1** Аргын ангилал

Титаны давхар ислийг тодорхойлоход диантипирилметаны спектрофотометрийн аргыг ашиглана.

Хэмжих хязгаар: 0.02-2%

**10.2** Зарчим

0.5-2мол/л давсны хүчлийн уусмалд, Ti4+ болон диантипирилметан нь шар комплекс нэгдэл үүсгэдэг. Уусмалын шингээлтийг 390нм-д хэмжинэ.

**10.3** Урвалжууд

(1) Давсны хүчил (1 + 1);

(2) Хүхрийн хүчил (5 + 95);

(3) Аскорбины хүчлийн уусмал (1%): ашиглалтад зориулж найруулсан;

(4) Диантипирилметан уусмал (2%);

(5) Титаны давхар ислийн стандарт уусмал (0.5 мг / мл);

0.125 гр титаны давхар исэл (950 ℃-д 1 цагийн турш хатаасан,спектрийн цэвэршилттэй)-ийг цагаан алтан тигельд хийнэ. 4гр калийн пирофосфат нэмж, зууханд хийж хайлуулаад хүхрийн хүчилд (5+95) уусгаж, тасалгааны температуртай болтол хөргөж, 250мл-ийн хэмжээст колбонд шилжүүлж, тэмдэглэгээ хүртэл нь (5 + 95) хүхрийн хүчлээр шингэлж сайтар холино;

(6) Титаний давхар ислийн колориметрийн стандарт уусмал (0.02 мг / мл): 10 мл титаний давхар ислийн стандарт уусмал 10.3 (5) –ийг 250 мл-ийн хэмжээст колбонд хийнэ. Хэмжээс хүртэл нь шингэрүүлсэн (5 + 95) хүхрийн хүчил хийж, сайтар хольж шингэлнэ.

**10.4** Төхөөрөмж

Спектрометр

**10.5** Туршилтын явц

**10.5.1** 10-50 мл (дээжинд байх төмрийн ислийн агууламжаас хамаарч) 7.2.4.11 уусмал (A) эсвэл 8.3.4 уусмал (Б)-ийг 100 мл-ийн хэмжээст колбонд таслан авч, 50 мл хүртэл усаар дүүргэнэ.

**10.5.2** 10 мл шингэрүүлсэн давсны хүчил (1 + 1) нэмж, сайтар холино. 3-5 минутын турш амрааж, 10мл 1%-ийн аскорбины хүчлийн уусмал нэмж, 20мл диантипирилметаны уусмал нэмж, хэмжээс хүртэл нь усаар дүүргээд сайтар холиод 40 минут байлгана.

**10.5.3** Уусмалын шингээлтийг 390нм-т 1см-ийн кювет дээр хоосон дээжтэй харьцуулж болгон спектрометр дээр хэмжинэ.

**10.5.4** Жиших муруйг байгуулах аргачлал

0.00, 2.50, 5.00, 7.50, 10.00, 12.50 болон 15.00 мл-ийн титаний давхар ислийн стандарт колориметрийн уусмалыг пипеткаар таслан авч 100мл-ийн хэмжээст колбонуудад тус бүрчлэн хийж, бүгдэд нь 50мл хүртэл ус дүүргэж хийнэ. Дараагаар нь 10.5.2 зааврын дагуу гүйцэтгэнэ. Хоосон дээжтэй харьцуулж спектрофотометр дээр 520 нм долгионы уртад шингээлтийг хэмжиж, стандарт муруйг байгуулна.

**10.6** Тооцоолол болон үр дүнгийн илэрхийлэл

Агуулагдах титаны давхар ислийг дараах томъёогоор олно:

(13)

Үүнд

m1 - стандарт муруйгаас авсан титаны давхар ислийн агууламж, мг/100мл;

m2 - шинжилгээний дээжийн масс, граммаар;

V1 – шинжилгээнд таслаж авсан уусмалын эзлэхүүн, мл;

V – шинжилгээний нийт уусмалын эзэлхүүн, мл;

**11 Кальцийн ислийг тодорхойлох**

**11.1** Арга

**11.1.1** (Арга А) EDTA шууд титрлэлтийн арга

Тодорхойлох хязгаар: Энэхүү арга нь 0.5%-с дээш кальцийн ислийн агуулгатай дээжинд тохиромжтой.

**11.1.2** (Арга Б)Атом шингээлтийн спектрофотометр

Тодорхойлох хязгаар: Энэхүү арга нь 0.05-5%-н хооронд кальцийн ислийн агуулгатай дээжинд тохиромжтой.

**11.2** (Арга А) EDTA шууд титрлэлтийн арга

**11.2.1** Зарчим

Триэтаноламиныг калийн тартраттай хольж хөнгөн цагаан, төмөр, титан болон бусад элементүүдийн нөлөөллийг арилгана. Цахиур байгаа тохиолдолд, цахиурын хүчлийн интерференцийн нөлөөг арилгахын тулд зохих фторжуулалтыг урьдчилан хүчиллэг уусмалд хийнэ. РН> 13 шүлтлэг орчинд бага зэрэг CMP индикатортой, EDTA стандарт титрлэлтийн уусмалаар титрлэнэ.

**11.2.2** Урвалж

(1) калийн тартратын уусмал (10%);

(2) триэтаноламины уусмал (1 + 1);

(3) калийн гидроксидын уусмал (20%);

(4) калийн фторидын уусмал (2%);

(5) CMP холимог индикатор: 1 г кальцин, 1 г метил тимол хөх, 0.2г фенолфталеин 50г калийн нитрат (105-110 ℃ хатаасан байна) холино. Нарийн нунтаг болгон нунтаглаж нунтаглах саванд хийнэ.

(6) EDTA стандарт титрлэлтийн уусмал (cEDTA = 0.005 моль / л): 1.86г EDTA-ийг жинлэн, 200 мл усанд нэмж, уусгахын тулд халааж, хөрсөнийх нь дараагаар, 1л хүртэл усаар дүүргэж, шингэлээд сайтар холино.

**11.2.3** Туршилтын явц

25-50 мл(дээж дэх кальцийн ислийн агууламжаас хамаарч) 7.2.4.11 уусмал (А) эсвэл 8.3.4 уусмал (Б)-ийг пипеткаар таслан авч 400 мл-ийн хэмжээст колбонд хийгээд [8.3.4 уусмал (Б) -ийг ашиглаж байгаа тохиолдолд 15 мл 2% калийн фторын уусмал нэмж, 3-5 минутын турш амраана], 250мл хүртэл усаар дүүргэнэ. 5 мл (1 + 1) триклосан уусмал, 5 мл 10% калийн тартратын уусмал ба зохих хэмжээний CMP индикаторыг нэмнэ. Уусмал ногоовтор өнгөтэй болтол нь калийн гидроксид хийж, илүүдлээр 2мл нэмж хутгана (Энэ үед уусмалын рН 12оос дээш байна). EDTA стандарт титрлэх уусмалаар (0.005 мол/л) өнгийг ногооноос улаан болтол нь титрлэнэ.

**11.2.4** Тооцоолол болон үр дүнгийн илэрхийлэл

Агуулагдах кальцийн ислийг дараах томъёогоор олно:

(14)

Үүнд

TCaO-(EDTA) стандарт уусмалын кальцийн ислийн титрлэх титр, мг/мл;

*V1*- шинжилгээнд авсан уусмалын эзлэхүүн, мл;

V2 - (EDTA) стандарт уусмалын эзлэхүүн, мл;

V - сорилын уусмалын нийт эзэлхүүн, мл;

m- шинжилгээний дээжийн масс, граммаар;

**12 Магнийн ислийг тодорхойлох**

**12.1** Арга

**12.1.1** (Арга А) EDTA шууд титрлэлтийн арга

Тодорхойлох хязгаар: Энэхүү арга нь 5%-с дээш магнийн ислийн агуулгатай дээжинд тохиромжтой.

**12.1.2** (Арга Б)Атом шингээлтийн спектрофотометр

Тодорхойлох хязгаар: Энэхүү арга нь 0.05-5%-н хооронд кальцийн ислийн агуулгатай дээжинд тохиромжтой.

(14-р бүлэгт кальцийн исэл, магнийн исэл, калийн исэл, натрийн ислийн атом шингээлтийн аргыг дэлгэрэнгүй тайлбарласан болно.)

**12.2** (Арга А) EDTA шууд титрлэлтийн арга

**12.2.1** Зарчим

Триэтаноламиныг калийн тартраттай хольж хөнгөн цагаан, төмөр, титан болон бусад элементүүдийг халхлана. Аммиакын орчинд pH=10 байгаа тохиолдолд, K-B индикаторийг ашиглан, кальци болон магнийн титрлэлтийг EDTA стандарт уусмалаар титрлэнэ.

**12.2.2** Урвалжууд

(1) Аммиак (1 + 1);

(2) Триэтаноламины уусмал (1 + 1);

(3) Калийн тартратын уусмал (10%);

(4) Калийн фторидын уусмал (2%);

(5) Аммиак-хлоржуулсан буфер уусмал (pH = 10): 67.5 гр аммонийн хлоридыг 570 мл концентрацитай аммиакын усан уусмалд уусгаж, 1 л хүртэл усаар дүүргээд сайтар холино.

(6) K-B холимог индикатор: 1 г хүчиллэг хромын хөх K [C16H7 (OH) 3 (NaSO3) 2N] - г 2.5 г нафенол ногоон Б болон 50 г калийн нитрат(105-110 ℃ хатаасан)-ийг жинлэн аваад сайтар нунтаглаж, таглаатай саванд хийнэ;

(7) EDTA стандарт титрийн уусмал (0.005 моль / л): Дэлгэрэнгүйг 9.3.2 (6)-д бичсэн байгаа.

**12.2.3** Туршилтын явц

25-50 мл(дээж дэх магнийн болон кальцийн ислийн агууламжаас хамаарч) 7.2.4.11 уусмал (А) эсвэл 8.3.4 уусмал (Б)-ийг пипеткаар таслан авч 400 мл-ийн хэмжээст колбонд хийгээд [8.3.4 уусмал (Б) -ийг ашиглаж байгаа тохиолдолд 15 мл 2% калийн фторын уусмал нэмж, 3-5 минутын турш хутгаж амраана], 250мл хүртэл усаар дүүргэнэ. 5 мл (1 + 1) триклосан уусмал, 5 мл 10% калийн тартрат уусмал нэмнэ. Аммиак ашиглан уусмалын рН-ийг ойролцоогоор 10 болгож, 8 мл хлоржуулсан аммиакын буфер уусмал (pH = 10), зохих хэмжээгээр KB индикаторийг нэмнэ. EDTA стандарт титрлэлтийн уусмалаар (0.005 моль / л) титрлэх ба титрлэлтийн төгсгөлд өнгө нь цэнхэр болох хүртэл аажмаар титрлэх хэрэгтэй.

**12.2.4** Тооцоолол болон үр дүнгийн илэрхийлэл

Агуулагдах магнийн ислийг дараах томъёогоор олно:

(15)

Үүнд

TMgO-(EDTA) стандарт уусмалын магнийн ислийн титрлэх титр, мг/мл;

*V1*- шинжилгээнд авсан уусмалын эзлэхүүн, мл;

V2 - (EDTA) стандарт уусмалын кальцийн ислийг титрлэх эзлэхүүн, мл;

V3 - (EDTA) стандарт уусмалын магнийн ислийг титрлэх эзлэхүүн, мл;

V - сорилын уусмалын нийт эзэлхүүн, мл;

m- шинжилгээний дээжийн масс, граммаар;

**13 Шүлтийг тодорхойлох**

**13.1** Арга

**13.1.1** Дөлөн фотометрийн арга (Арга А)

Тодорхойлох хязгаар: Энэ арга нь 0.1-0.3%-н шүлтийн агуулгатай дээжинд тохирно.

**13.1.2** Атом шингээлтийн спектрофотометр (Арга Б)

Тодорхойлох хязгаар: Энэхүү арга нь 0.05-3%-н хооронд шүлтийн агуулгатай дээжинд тохиромжтой.

(14-р бүлэгт кальцийн исэл, магнийн исэл, калийн исэл, натрийн исэлийн атом шингээлтийн аргыг дэлгэрэнгүй тайлбарласан болно.)

**13.2** Дөлөн фотометрийн арга (Арга А)

**13.2.1** Зарчим

Дээжийн цахиурыг зайлуулахын тулд хайлуур хүчил, хүхрийн хүчилтэй ууршуулж, үлдэгдлийг халуун усаар хандлаж авна. Төмөр, хөнгөнцагаан, кальци, магнийг аммиак болон аммонийн карбонатаар салгана. Фильтрат дахь кали ба натрийг спектрофотометрээр хэмжинэ.

**13.2.2** Урвалжууд

(1) Хайлуур хүчил (40%);

(2) Хүхрийн хүчил (1 + 1);

(3) Давсны хүчил (1 + 1);

(4) Аммиак (1 + 1);

(5) Аммонийн карбонатын уусмал (10%);

(6) Метил улаан индикатор (0.2% этилийн спирт);

(7) Калийн исэл, натрийн оксид холимог стандарт уусмал: 0.7915 г калийн хлорид, 0.9429 гр натрийн хлоридыг(105-110 ℃-д 2 цагийн турш хатааж), стаканд хийж, усанд уусгана. Уусмалыг 1000 мл хэмжээст колбо руу шилжүүлж, хэмжээс хүртэл ус хийж, сайн холино. Энэхүү стандарт уусмал нь калийн исэл болон натрийн исэлийг 0.5 мг / мл хэмжээгээр агуулна.

**13.2.3** Төхөөрөмжүүд

Дөлөн фотометр

**13.2.4** Туршилтын явц

**13.2.4.1** Дээжийг 0,2-0.2г (K2O ба Na2O агууламжаас хамааруулан) цагаан алтан чашканд (эсвэл алт) дээр жинлэн авч, бага хэмжээний усаар зайлна. 15 дусал хүхрийн хүчил (1 + 1) болон 15 мл 40% -ийн хайлуур хүчлийг нэмнэ. Татах шүүгээнд байрлуулж, халуун плиткан дээр хольцыг бага температурт халааж, дээжийг ойр ойрхон үсрэхээс сэргийлж сэгсэрнэ. Хайлуур хүчлийг ууршиж дууссаны дараа температурыг аажмаар нэмэгдүүлж, хүхрийн гуравдагч ислийг ууршиж, цагаан утаа ялгартал нь үргэлжлүүлнэ. Дараагаар нь тасалгааны температуртай болтол хөргөнө.

**13.2.4.2** 8 мл давсны хүчил (1 + 1), 30 мл халуун ус нэмээд резинэн толгойтой шилэн савхаар бүхэллэгийг буталж, хутгана. 7-10 минутын турш буцалтал нь халаагаад зөөлөн буцалгана.

**13.2.4.3** 1 дусал метилийн улаан индикаторын уусмал (0.2%) нэмээд аммиак (1 + 1)-аар саармагжуулан, дараа нь 10 мл 10% аммонийн карбонатын уусмал нэмээд хутгана. Цагаан алтан тавгийг халуун плиткан дээр татах шүүгээнд халааж, буцалтал нь халаагаад 20 мин үргэлжлүүлж буцалгана.

**13.2.4.4** Хурдан шүүдэг шүүлтүүрийн цаасаар шүүж, халуун усаар угаана. Шүүгдэс болон угаагдасыг 100 мл-ийн хэмжээт колбонд хийж, тасалгааны температурт хөргөнө.

**13.2.4.5** Уусмалыг сулруулсан давсны хүчил (1 + 1) уусмалаар саармагжуулж, усаар хэмжээс хүртэл дүүргэж, хутгана. Дөлөн фотометрийг ашиглан уусмалын агуулгыг жиших муруй байгуулахтай адил тодорхойлно.

**13.2.5** Жиших муруй байгуулах арга

0.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00мл-ийн калийн исэл, натрийн исэл агуулсан холимог стандарт уусмалуудыг(0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00мг калийн исэл болон натрийн исэл тус тус агуулсан) 100мл-ийн хэмжээст колбонуудад пипеткаар таслан авч тус, бүгдэд нь хэмжээс хүртэл ус дүүргэж хийгээд холино. Төхөөрөмжийн ажиллах зарчмын дагуу дөл фотометрийг ажиллах хамгийн сайн нөхцөлд тохируулна. Калийн оксид болон натрийн оксидын агуулга болон гальванометрийн утгыг харьцуулж жиших муруйг байгуулна.

**13.2.6** Тооцоолол үр дүнгийн илэрхийлэл

Агуулагдах натрийн болон калийн ислийг хэмжээг дараах байдлаар олно:

(16)

Үүнд

c- 100мл уусмалд агуулагдах натрийн болон калийн ислийн жин, мг;

m- дээжний жин, гр;

**14 Кальцийн исэл, магнийн исэл, калийн исэл, натрийн ислийг тодорхойлох атом шингээлтийн арга (Арга Б)**

**14.1** Зарчим

Дээжийг хайлуур хүчил, перхлорын хүчлээр задалж давсны хүчил уусгагч ба стронцийн хлорид нь чөлөөлөгч агент болдог. Кальци, магни, кали, натри, тэдгээрийн стандарт уусмалын шингээлтийг агаар- ацетилены дөлөнд атом шингээлтийн спектрофотометрээр хэмжин авдаг. Дараа нь шингээлтийг концентраци руу хувиргадаг.

**14.2** Урвалжууд

(1) Хайлуур хүчил (40%);

(2) Перхлорын хүчил (70%);

(3) Давсны хүчил (1 + 1);

(4) Стронцийн хлоридын уусмал (20%): Стронцийн хлорид [SrC12 • 6H2O]-оос 200гр-ийг 50 мл усанд уусгана. (1 + 1) давсны хүчлийг 1л хүртэл хийгээд, хуванцар саванд хадгална;

(5) Хөнгөн цагааны ислийн уусмал (10 мг / мл): 0.5292 гр металл хөнгөн цагаан (99.99%)-ийг жинлэн, 250 мл-ийн шилэн аяганд 30 мл усанд нэмж, цахилгаан плиткан дээр бага температурт тавиад, 25 мл (1 +1) давсны хүчлийн уусмалыг нэмж бүрэн уусгана. Хөрсөнийх нь дараагаар 100 мл-ийн багтаамжтай колбонд хийж, хэмжээс хүртэл усаар дүүргэнэ.

(6) Кальцийн ислийн стандарт уусмал (1 мг / мл): 105-110 ℃-д 2 цагийн турш хатаасан кальцийн карбонатаас 0.8924гр-ийг 250 мл-ийн стаканд хийж, бага хэмжээний ус нэмээд, стаканыг шилэн тавгаар таглаж, тавагныхаа хана дагуулж, 10 мл (1 + 1) давсны хүчил нэмж, буцалтал нь халааж, нүүрстөрөгчийн давхар ислийг гартал нь зөөлөн буцалгана. 500 мл хэмжээст колбонд шилжүүлж хийгээд хөргөж, усаар метклэж сайтар хольж, хуурай хуванцар саванд хийнэ.

(7) Магнийн ислийн стандарт уусмал (1 мг / мл): 950 ℃-д шатаасан 0.5000 г магнийн ислийг 20 мл (1 + 1) давсны хүчилд уусгана. Бүрэн уустал нь халааж, 500 мл хэмжээст колбонд шилжүүлж, хэмжээс хүртэл нь усаар дүүргэж, сайтар хольж хуванцар саванд хийж хадгална;

(8) Калийн стандарт уусмал (1 мг / мл): 105-110 ℃-д 2 цагийн турш хатаасан калийн хлоридоос 0.7915г жинрэн авч, 500 мл-ийн хэмжээст колбонд хийж, хэмжээс хүртэл усаар дүүргэж сайтар холино. Хуурай хуванцар лонхонд хадгална;

(9) Натрийн ислийн стандарт уусмал (1 мг / мл): 105-110 ℃-д 2 цагийн турш урьдчилан хатаасан натрийн хлоридыг 0.9429 гр жинлэн 500 мл хэмжээст колбонд хийж хэмжээс хүртэл усаар дүүргэж сайтар холино. Хуурай хуванцар саванд хадгална.

(10) Холимог стандарт уусмал: 25 мл 14.2. (6), (7), (8), (9) стандарт уусмалуудыг 500 мл хэмжээст колбонд хийж, хэмжээс хүртэл усаар дүүргэж, сайтар хольж, хуурай хуванцар саванд хадгална. Энэ уусмал нь1млет 50 микрограмм кальцийн исэл, магнийн исэл, калийн исэл ба натрийн исэл агуулна.

(11) Стандарт цуврал уусмал I (туршилтанд зориулж): 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00, 12.00, 14.00, 16.00, 18.00, 20.00 мл 12.2. (10) холимог стандарт уусмалуудыг 100 мл хэмжээст колбонд талсаж авна. 4 мл 10 мг / мл хөнгөнцагааны триоксидын уусмал, 8 мл (1 + 1) давсны хүчил, 5 мл 20% стронцийн хлоридыг нэмээд, хэмжээс хүртэл нь ус хийж, сайтар сэгсэрч, хуурай хуванцар саванд хадгална. Энэ стандартын уусмалууд нь кальцийн исэл, магнийн исэл, калийн исэл, натрийн исэлээс тус бүртээ 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10мкг / мл хэмжээгээр агуулдаг.

**14.3** Төхөөрөмж

Атом шингээлтийн спектрофотрметр

**14.4** Туршилтын явц

**14.4.1** 0.1-0.2 г дээжийг (дээжин дэх CaO, MgO, K2O, Na2O агууламжаас хамааруулан) жинлэн авч цагаан алтан чашка эсвэл цагаан алтан тигельд хийн, бага хэмжээний усаар зайлж, 2 мл 70%-ийн перхлорын хүчил, 10 мл 40% -ийн хайлуур хүчил нэмнэ.

**14.4.2** Бага температурт цахилгаан плиткан дээр эсвэл элсэн баннд хийж, хүхрийн гуравч ислийн цагаан утаа ялгарч дуустал халаана. Дараагаар нь тасалгааны температур хүртэл хөргөөд тавагны ханыг бага зэрэг усаар зайлж, 2 мл 70%-ийн перхлорын хүчил нэмнэ. Цагаан утаа ялгарч дуусах хүртэл үргэлжлүүлэн халаана.

**14.4.3** 8 мл (1 + 1) давсны хүчил болон 10 мл ус нэмж, давсыг уустал нь бага температурт халааж, тасалгааны хэмд хөргөнө.

**14.4.4** 100 мл-ийн хэмжээт колбонд шилжүүлээд 5 мл 20% -ийн мөнгөний хлоридын уусмал нэмж, хэмжээс хүртэл усаар дүүргэнэ. Энэ уусмал (С) нь оксидын агууламж элементүүдийн 1% -иас бага байхад хэрэглэгддэг.

**14.4.5** 20 мл уусмал(С)-ийг пипеткаар таслан авч 100 мл хэмжээст колбонд хийж, 6.4 мл (1 + 1) давсны хүчил болон 4 мл 20%-ийн стронцийн хлоридын уусмал нэмнэ. Хэмжээс хүртэл нь усаар дүүргэж, сайтар сэгсэрнэ. Энэхүү уусмал (D) нь оксидын агууламж элементүүдийн 1% -5% -тай байхад хэрэглэгддэг.

**14.4.6** Төхөөрөмж ажиллуулах журмын дагуу багажийг хамгийн сайн нөхцөлд тохируулна. Туршилтын уусмал (C) эсвэл уусмал (D) болон стандарт цуваа уусмал I-ийг агаар-ацетилений дөлөн фотометрээр хоосон дээжтэй харьцуулж хэмжинэ. Хэрэв дээж уусмалын концентраци нь стандарт цуваа уусмалуудын аль нэгэнтэй нь ойролцоо бол шууд харьцуулах аргын дагуу бодно. Өөрөөр хэлбэл уг хоёр стандарт уусмалуудыг интерполяцийн аргаар тооцоолон бодох шаардлагатай.

**14.5** Тооцоолол болон үр дүнгийн илэрхийлэл

**14.5.1** Шууд харьцуулах арга нь дараах байдлаар тооцоологдоно:

(17)

Үүнд

cx – туршилтын уусмал дахь элементийн оксидын концентраци, мкг/мл;

C - стандарт уусмал дахь оксидын концентраци, мкг/мл;

AX - туршилтын уусмалын шингээлт;

А - стандарт уусмалын шингээлт.

Интерполяцийн арга нь дараах байдлаар тооцоологдоно:

(18)

Үүнд

cX- туршилтын уусмал дахь элементийн оксидын концентраци, мкг/мл;

c1,c2- стандарт уусмал дахь оксидын концентраци, мкг/мл;

A1,A2- стандарт уусмалын шингээлт;

AX- туршилтын уусмалын шингээлт.

**14.5.2** Агуулагдах ислийн хэмжээг тодорхойлох

(19)

Үүнд

cx - туршилтын уусмал дахь элементийн оксидын концентраци, мкг/мл;

V - шинжилгээний уусмалын эзэлхүүн, мл;

n - дээжийн уусмалын шингэрүүлэлт, жишээ нь

(C) уусмалыг тодорхойлох, n = 1;

(D) уусмалыг тодорхойлох n = 5;

m - шинжилгээний дээжийн масс, граммаар;

**15 Хүхрийн гуравдагч ислийг тодорхойлох**

**15.1** Арга

Хүхрийн гуравдагч ислийг барийн сульфатын гравиметрийн аргаар тодорхойлно.

Хэмжих хязгаар: >1%.

**15.2** Аргачлал

Сул хүчлийн уусмалд бари болон сульфатын ионууд барийн сульфат үүсгэж цагаан өнгийн тунадас өгнө. Тунадасыг шүүж авсны дараагаар, 8500С-д шатааж, барийн сульфатыг жигнэж тодорхойлно.

**15.3** Урвалж

(1) Азотын хүчил (нягт: 1.42 г / мл);

(2) Перхлорын хүчил (70%);

(3) Хайлуур хүчил (40%);

(4) Давсны хүчил (1 + 1),

(5) Аммиак (1 + 1);

(6) Гексаметилен тетра амины уусмал (20%);

(7) Барийн хлоридын уусмал (5%);

(8) Мөнгөний нитратын уусмал (1%): 1 гр мөнгөний нитратыг 95 мл усанд уусгаж, 5 мл концентрацитай азотын хүчил нэмж, хүрэн саванд хадгална.

**15.4** Туршилтын явц

**15.4.1** 0.5-1 г дээжийг цагаан алтан тавганд жинлэн 2 мл концентрацитай азотын хүчил, 1 мл 70%-ийн Перхлорын хүчил, 10 мл 40%-ийн хайлуур хүчил нэмж, цахилгаан плиткан дээр цагаан утаа ялгартал нь халааж, дараа нь хөргөнө. 5 мл 40%-ийн азотын фторидыг нэмж хийгээд дахин үйлдлийг давтана.

**15.4.2** 20 мл ус, 8 мл давсны хүчил (1 + 1)-ийг нэмж, давсыг уустал нь халааж, 300 мл шилэн стаканд хийнэ. Аммиак (1 + 1) нэмж рН-ыг 4 болгоно, 5 мл 20%-ийн гексаметилен тетра амины уусмал нэмж, буцалтал нь халаагаад, 3-5 минутын турш зөөлөн буцалгана. Гал дээрээс авч, үлдэгдлийг түргэн шүүлтүүрийн цаасан дээр шүүнэ. Тунадасыг халуун усаар 8-10 дахин давтан угааж, тунадасыг хаяна.

**15.4.3** 1 мл давсны хүчил (1 + 1) нэмж, буцалтал нь халаагаад , зөөлөн гал дээр буцалгана. 5 мл 5%-ийн барийн хлоридын уусмалыг жигд хутган нэмж тунадасжуулна. 10 минут буцалгаад 4 цаг эсвэл шөнийн турш дулаан байлгана.

**15.4.4** Тунадасаа удаан шүүдэг шүүлтүүрийн цаасаар шүүж, хлорын ионгүй болтол (мөнгөний нитратийн шинжилгээ хийнэ) нь бүлээн усаар угаана.

**15.4.5** Шүүлтүүрийн цаас болон барийн сульфатын тунадасыг цагаан алтан эсвэл шаазан тигельд шилжүүлж, 8500С-д 30 минутьийн туршид шатаана. Тасалгааны температуртай болтол хөргөөд жинлэнэ. Тогтмол жинтэй болтол нь шатаалтыг давтана.

**15.5** Тооцоолол болон үр дүнгийн илэрхийлэл

Агуулагдах хүхрийн гуравдагч ислийг дараах байдлаар олно:

(19)

Үүнд

*m*1- шатаалтын дараах тунадасны жин, гр;

*m*2- шинжилгээний сорьцын масс, гр;

0.3430-барийн сульфатыг хүхрийн гуравдагч исэл рүү хөрвүүлэх коэффициент;

**ТӨГСӨВ**