**МОНГОЛ УЛСЫН СТАНДАРТ**

**Ангилалтын код 91.100.10**

|  |  |
| --- | --- |
| **Барилгын материал болгон ашиглах дэгдэмхий үнс болон хаягдал нүүрсний химийн шинжилгээний арга** | **MNS GB/T 27974 : 2019** |
|  | **GB/T 27974 : 2011** |

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. Хамрах хүрээ

Энэхүү стандарт нь дэгдэмхий үнс болон хаягдал нүүрсний химийн шинжилгээний аргыг онцлон тусгасан болно.

Хөнгөнцагааны исэлдэлт болон хүхрийн гуравч ислийг (SO3) тодорхойлох аргачлал нь жишиг арга ба орлуулан ашиглах хэрэглээнд хуваагдсан.

Маргаантай, нөгөө тохиолдолд талууд зөвшөөрөөгүй үед Дэгдэмхий үнс болон нүүрсний хаягдлийн химийн шинжилгээний аргын лавлах арга нь алдаа мадаггүй юм.

Энэ стандарт нь Дэгдэмхий үнс, нүүрсний хаягдал буюу хоосон чулуулагийн болон бусад материалууд бүхий барилгын материалд хэрэглэхэд тохиромжтой боловсруулагдсан стандарт юм.

* 1. Лавлах материалууд

Энэ стандартыг олон улсын стандартын шаардлагын дагуу дараах лавлагааны материалын нэр томъёогоор тодорхойлно.Ямар ч жижиг өөрчлөлт, шинэчлэсэн хувилбар нь энэ стандартад нийцэхгүй тул бүх лавлагааны материалын огноог анзаарна уу. Хэдий тийм боловч энэ стандартын оролцогч талуудын хэлцэлийн үндэс дээр эдгээр материалуудын (бичиг баримтын) хамгийн сүүлийн хувилбарыг хэрэглэх эсэхийг судалж үзвэл зохистой. Лавлагааны материалуудын огноог дурьдаагүй бол хамгийн сүүлийн хувилбарыг энэ стандартад ашиглах нь зүйтэй.

GB/T 12573 Цементийн дээжлэлтийн арга

GB/T 6682 Лабораторийн усны техникийн тодорхойлолтын шинжилгээ болон туршилтын арга

* 1. Нэр томьёо ба тодорхойлолтууд

Энэхүү стандартад дараах нэр томьёо, тодорхойлолтыг хэрэглэнэ.

* 1. Давтагдах чанарын нөхцөлүүд

Богино хугацаанд нэг ижил объектыг нэг лабораторид ижил тоног төхөөрөмжөөр, ижил аргаар нэг шинжээч туршилт хийсэн бие даасан үр дүн дахин давтамжтай нөхцөлд ижил байхыг хэлнэ.

**3.2** Дахин хэрэглэгдэх нөхцөлүүд

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

**3.3** Таарцын хязгаар

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

**3.4** Тохирцын хязгаар

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

**3.5** Тодорхойгүй байдал

Хэмжиж байгаа хэмжигдэхүүнд оновчтой харъяалагдаж байгаа утгуудын тархалтыг харуулсан хэмжлийн үр дүнтэй холбоотой параметр. Энэ параметр нь стандарт хазайлт эсвэл түүний үржвэр, эсвэл интервалын хагас өргөний түвшнээр илэрхийлж болно.

* 1. Туршилтын үндсэн шаардлагууд

Туршилтын тоо ба шаардлага

Туршилт бүр нь хоёр удаа ба тодорхойлох үр дүн нь тэдгээрийн дундаж юм. Химийн шинжилгээ, тэмдэглэснээс бусад тохиолдолд ноцолтын алдагдлыг тодорхойлоход нэгэн зэрэг хийнэ. Өөр бусад хэмжигдэхүүнүүд хоосон туршилтаар явагдах хэрэгтэй бөгөөд хэмжилтийн үр дүн нь зөв байна.

Үр дүн, титр, эзэлхүүн ба массын илэрхийлэл

Ойролцоогоор массыг 0.0001 г, эзэлхүүнийг 0.05г/мл-ийн нарийвчлалтайгаар тус тус илэрхийлнэ. Стандарт титрлэлтийн уусмалын титр, эзэлхүүнийг дөрвөн оронтой тоогоор илэрхийлнэ. Хэрвээ тодорхойлогдоогүй бол үр дүнг аравтын бутархайн орон болгон хувиар илэрхийлнэ.

* 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. Урвалжууд ба материалууд

Өөрөөр тэмдэглээгүй бол урвалжууд нь шинжилгээний зориулалттай ба баталгаатай урвалжууд байна. Шинжилгээнд хэрэглэх ус нь GB/T 6682 стандартад заасан усны шаардлагад нийцнэ. Концентрацитай шингэн урвалжуудын 200 С н нягт г/см3 илэрхийлэгдэнэ. 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

Давсны хүчил（HCl）

Нягт нь 1.18 г/см3～1.19 г/см3，харьцангуй масс 36％～38％

Концентрацитай хайлуурын хүчил（HF）

Нягт нь 1.15 г/см3～1.18 г/см3， харьцангуй масс 40％

Азотын хүчил（HNO3）

Нягт нь 1.Триетаноламин39 г/см3～1.41 г/см3， харьцангуй масс 65％～68％.

Хүхрийн хүчил（H2SO4）

Нягт нь 1.84 г/см3， харьцангуй масс 95％～98％.

Цууны хүчил（CH3COOH）

Нягт нь 1.05 г/см3， харьцангуй масс 99.8％.

Фосфорын хүчил（H3PO4）

Нягт нь 1.68 г/см3， харьцангуй масс 85％.

Аммонийн гидроксид（NH3·H2O）

Нягт нь 0.90 г/см3～0.91 г/см3， харьцангуй масс 25％～28％.

Триэтаноламин [N（CH2CH2OH）3]

Нягт нь 1.12g/cm3，харьцангуй масс 99%.

Этилийн спирт эсвэл усгүй этанол（C2H5OH）

Этилийн спиртийн эзэлхүүний хувь 95%, усгүй этанолын эзэлхүүний хувь 99.5% аас багагүй байна.

Этилен гликол（HOCH2CH2OH）

Этилен гликолын эзэлхүүний хувь 99%.

Давсны хүчлийг шингэрүүлэлт（1＋1）：（1＋2）；（1＋5）.

Азотын хүчлийн шингэрүүлэлт（1＋2）：（1＋9）；（1＋100）.

Хүхрийн хүчлийн шингэрүүлэлт（1＋1）：（1＋2）；（1＋4）；（1＋9）；（5＋95）.

Фосфорын хүчлийн шингэрүүлэлт（1＋1）.

Аммонийн гидроксидийн шингэрүүлэлт（1＋1）.

Триэтаноламиний шингэрүүлэлт（1＋2）.

Натрийн гидроксид（NaOH）.

Натрийн карбонат（Na2CO3）

Усгүй натрийн карбонатийг (Na2CO3) хаш уур нухуураар нунтаглана.

Калийн пиросульфат（K2S2O7）

Худалдааны калийн пиросульфат（K2S2O7）нь шаазан таваг дээр хайлах төлөвтөө байдаг бөгөөд, халахдаа бөмбөлөг үүсгэдэггүй, хөрөхдөө бутардаш ба шилэн саванд хадгалдаг.

Натрийн карбонат ба бурагийн холимог（2+1）

Натрийн карбонат (Na2CO3) ба натрийн тетраборатыг (Na2B4O7) 2:1 харьцаатай холино. Шилэн саванд хадгална.

Аль Тука урвалж

Хөнгөн магнийн оксидийг усгүй натрийн карбонаттай 2:1 харьцаатай холин дараа нь жижиг ширхэгийн хэмжээ нь 0.2мм-ээс бага болсны дараа порфираз хийж, шилэн саванд хадгална. Аль Тука-ийн урвалж бэлтгэлийн багц бүрт хоосон туршилтыг гүйцэтгэнэ (дээжнээс бусад, үйл явц 17.2-г дагана.) хоосон дүн нь *m*14 байна.

Калийн периодатын хүчлийн давс（KIO4）。

Гидроксиламин гидрохлорид（NH2OH·HCl）。

Ванадийн пентоксид（V2O5）。

Натрийн гидроксидийн уусмал（10g/L）

Усанд 10г натрийн гидроксидийг (NaOH) уусгаж, 1л хүртэл шингэлнэ. Пластик саванд хадгална.

Калийн гидроксидийн уусмал（200g/L）

Усанд уусдаг 200г калийн гидроксидийг 1 л хүртэлх уусгана. Пластик саванд хадгална.

Барийн хлоридийн уусмал (100 g/L)

Усанд 100г барийн хлоридийг (BaCl2 · 2H2O) 1л хүртэл уусгана.

Мөнгөний нитратийн уусмал (5 g/L)

Усанд уусдаг 0.5г мөнгөний нитрат (AgNO3) дээр 1мл азотын хүчлийг нэмж, 100мл усаар шингэлнэ. Бор шилэнд гэрлийн шууд тусгалаас хол хадгална.

Диантипирилметаны уусмал （30 г/л давсны хүчлийн уусмал）

6г диантипирилметанийг 200мл давсны хүчилтэй (1+11) уусгах. Хэрэгтэй бол шүүх.

Аммоны карбонатын уусмал（100г/л）

100мл усанд 10г аммоны карбонатын [（NH4）2CO3] уусмалыг хийж шингэлнэ. Нэг өдөр хэрэглэнэ.

pH4.3 Буферийн уусмал

Усанд 42.3г усгүй натрийн ацетатыг (CH3COONa) 80мл мөсөн цууны хүчилтэй (CH3COOH) уусгаад 1л хүртэл шингэлнэ.

pH6 Буферийн уусмал

Усанд 200г усгүй натрийн ацетатийг (CH3COONa) 20мл мөсөн цууны хүчилтэй (CH3COOH) уусгаад 1л хүртэл шингэлнэ.

pH10 buffer solution

Усанд 67.5г аммоны хлоридыг（NH4Cl）уусган, 570мл аммоныг NH3·H2O）нэмж 1л хүртэл шингэлнэ.

Натрийн тартратын калийн уусмал （100г/л）

Усанд 10г натрийн тартратын калийн（C4H4KNaO6·4H2O）уусмалыг уусган, 100мл-т хүргэх.

* + 1. **Калийн хлорид (KCl) :**жижиг хэсгүүд нь том бол порфиризацийн дараа хэрэглэнэ.

Калийн хлоридын уусмал (50 г/л)

Усанд 50г калийн хлоридийг уусгаж л хүртэл шингэлнэ.

Калийн хлорид-этанолын уусмал(50 г/л)

Усанд 5г калийн хлоридийг (KCl) уусган, 50мл этанолыг (5.9) нэмж холино.

Фторын калийн уусмал (150 г/л）

Хуванцар аягатай усанд 150г фторийн калийн уусмалийг уусган 1л хүртэл шингэлнэ. Хуванцар саванд хадгалагдна.

Калий фторидын уусмал（20г/л）

Усанд 20г калийн фторидийн уусмалыг уусгаж, 1л хүртэл шингэлнэ. Хуванцар саванд хадгалагдана.

Электролит

100 мл усанд 6г калийн иодид (KI), калийн бромидийг (KBr) уусган, 10мл мөсөн цууны хүчлийг (CH3COOH) нэмж 300мл хүртэл шингэлнэ.

Натрийн гидроксид- этанолын уусмал（0.1моль/л）

100мл этилийн спиртэнд 0.4г натрийн гидроксидийг нэмж уусгана.

Этилен гликол – усгүй этанолийн уусмал（2+1）

1000мл гликолийг 500мл усгүй этанолтой хольж, 0.5г фенoлфталейн нэмж холино. Натрийн гидроксид болон усгүй этилийн спиртийн уусмалыг хэрэглэснээр улаан өнгөний тохируулга хийнэ. Чийг нэвтэрхээс сэргийлж хуурай битүү саванд хадгална.

Аммоны фторт уусмал（100г/л）

Хуванцар аягатай 200мл усанд 150г аммоны фторийг уусгаад 1л хүртэл шингэлнэ. Хуванцар саванд хадгална.

* + 1. **α-гидроксифенил цууны хүчил**（100г/л）

100г гидроксифенил цууны хүчил (C6H5CH(OH)COOH)-ийг усанд уусгаж, pH-г 4 аммиакийн (1+1) шингэрүүлсэн уусмалаар тохируулна. pH-н цаас ашиглана.

Аскорбины хүчийн уусмал (50г/л)

100мл усанд 5г аскорбины хүчлийг уусгана. Хэрэглэхийн өмнө шүүнэ. Нэг өдөрт хэрэглэнэ.

Титаны диоксид (TiO2) стандарт уусмал

* + - 1. Бэлтгэл

Жингийн ±0.0001 нарийвчлалаар, 0.1000г титаны диоксид (TiO2, цэвэр спектрум) жигнэн, платин тигельд хийж, 950 ℃- т 60 минут шатаана . 2г калийн пиросульфат (5.19) нэмж, 500 ℃ ~ 600 ℃ -т тунгалаг болтол хайлна. Хөргөсний дараа (1 + 9) хүхрийн хүчлээр уусгалт хийнэ. 50 ℃ ~ 60 ℃ халааж бүрэн уусгаад хөргөсний дараа 1000 мл-ийн хэмжээст колбонд хийж, хэмжээс хүртэл хүхрийн хүчлээр (1 + 9) дүүргээд сайтар сэгсэрнэ. Энэхүү стандарт уусмал нь 0.1 мг/мл титаны диоксид агууламжтай байна.

Стандарт уусмалаас 100мл-ийн таслан авч 500мл хэмжээст колбонд хийж шингэлсэн хүхрийн хүчил (1+9)-р шингэрүүлнэ. Энэ стандартын уусмал нь 0.1 мг/мл титанийн диоксидийг агуулна.

5.46.2 Жиших муруй байгуулах

0.02мг/мл –ийн титаны стандарт уусмалаас 100 мл эзэлхүүнтэй колбонд 0 мл, 2.00мл, 4.00мл, 6.00мл, 8.00мл, 10мл, 12мл-г хийж, 10 мл шингэрүүлсэн давсны хүчил (1+2), мл-ийг нэмнэ)), 10мл аскорбины хүчлийн уусмал (5.45), 5мл этилийн спирт (5.9), 20мл диантипирилметаны уусмал (5.29) уусмал нэмнэ. Уусмалыг усаар шингэлнэ. 40 минутын дараа 10мм-н кювет ашиглан, 420 нм-ийн долгионы уртад устай харьцуулан фотометрээр шингээлтийг хэмжинэ. Хэмжлийн оптик урт бүрт эдгээр тохируулгын уусмалын шингээлтийн муруй байгуулна.

Калийн исэл (K2O), натрийн ислийн(Na2O)стандарт уусмал

* + - 1. Калийн исэл, натрийн исэл стандарт уусмал бэлтгэх

130 ℃ ~ 150 ℃ -т 2 цаг хатаасан химийн цэвэр калийн хлорид (KCl) - оос 1.583г, натрийн хлорид (NaCl) – оос ±0.0001г – н нарийвчлалтай жигнэн авч 1000 мл-ийн хэмжээст колбонд хийж усанд уусгаад, бүрэн ууссаны дараа хэмжээс хүртэл усаар дүүргэнэ. Энэ стандарт уусмал нь 1 мг/мл натрийн исэл, 1 мг/мл калийн исэл агуулсан.

Стандарт уусмалаас 50,00 мл-г таслан авч 1000 мл-н хэмжээст колбонд хийж хэмжээс хүртэл дүүргэнэ. Энэхүү стандарт уусмал нь 0.05 мг/мл калийн гидроксид ба 0.05 мг/мл натрийн оксид агуулсан бөгөөд хуванцар саванд хадгална.

**5.47.2** Жиших муруй байгуулах

Стандарт уусмалаас 0 мл, 2.50 мл, 5.00мл, 10.00мл, 15.00мл, 20.00 мл калийн оксид 1 мг, 1 мг натрийн исэл тус бүрийг 500 мл эзэлхүүнтэй колбонд хийж усаар дүүргэн сайтар холино. Дөлийн фотометр (6.12) -ыг хамгийн сайн ажиллах нөхцөлд тохируулахын тулд жингийн үйл ажиллагааны дүрмийн дагуу тохируулна. Калибровкийн муруй байгуулахад калийн исэл, натрийн исэлд тохирох хэмжигдэхүүний функцийг хэмжих хэрэгслийг ашиглана.

Стандарт манганы исэл (MnO) уусмал

* + - 1. Усгүй манганы сульфат（MnSO4）

Хуурай манганы сульфат (MnSO4, стандарт урвалж буюу спектрийн цэвэршилт) эсвэл устай манганий сульфат (MnSO4.xH2O, стандарт урвалж буюу спектрийн цэвэршилт) жинлэх саванд (250 ± 10)оС-т тогтмол масс руу хийнэ. Уг бүтээгдэхүүн нь усгүй манганы сульфат (MnSO4) юм.

* + - 1. Бэлтгэл

Усгүй манганы сульфатаас 0.1064± 0.0001г нарийвчлалтай жигнэн авч стаканд хийж усанд уусгаад, 1мл хүхрийн хүчил (1 + 1) нэмнэ. 1000 мл-ийн хэмжээст колбонд шилжүүлж, хэмжээс хүртэл усаар дүүргэн сайтар сэгсэрнэ. Энэхүү стандарт уусмал нь 0.05 мг/мл манганы исэл агуулна.

* + - 1. Жиших муруй байгуулах

Стандарт манганы уусмалаас 0мл, 2.00мл, 6.00мл, 10.00мл, 14.00мл, 20.00мл-ийг таслан авч , 200мл стаканд тус тусад нь хийж 5мл фосфорын хүчил (1 + 1), 10мл хүхрийн хүчил (1 + 1), ), 50 мл нэрмэл ус, 1.0 г калийн пер иодит(5.22) хийж, буцлах хүртэл халаагаад, уусмалын өнгөний хамгийн их хэмжээнд хүртэл 15 минутын турш буцалгана. Тасалгааны температурт хөргөж, 100 мл хэмжээст колбонд хийж, усаар дүүргэнэ. Уусмалыг 530 нм-ийн долгионы уртад фотометр (6.11) ашиглан шингээлтийг хэмжинэ. Хэмжлийн оптик урт бүрт эдгээр тохируулгын уусмалын шингээлтийн муруй байгуулна.

Кальцийн карбонатын стандарт уусмал〔*c*（CaCO3）=0.024моль/л〕

105 ℃ ~ 110 ℃ -т 2 цаг хатаасан кальцийн карбонат (CaCO3, benchmark урвалж) аас 0,6 г (м1) –ийг жигнэн авч 400 мл-ийн багтаамжтай шилэн стаканд хийж 100 мл ус нэмнэ. Стаканы ханыг дагуулан 10 мл давсны хүчил (1 + 1) аажмаар нэмж, кальцийн карбонатыг уусах хүртэл 2 мин ~ 3 мин халааж буцалгана. Уусмалыг тасалгааны температурт хүртэл хөргөнө. 250 мл-ийн хэмжээст колбонд хийж хэмжээс хүртэл усаар дүүргэнэ.

EDTA стандарт титрийн уусмал〔*c*（EDTA）=0.015моль/л〕

* + - 1. Бэлтгэл

5.6 г EDTA (натрийн этилендиаминтетраацетат, C10H14N2O8Na2.2H2O) шилэн стаканд 200 мл ус нэмээд халааж, шүүж, усаар 1 литр хүртэл шингэлнэ.

* + - 1. EDTA стандартын уусмалын титр тогтоох

25.00 мл кальцийн карбонатын стандарт уусмалыг (5.49) 400 мл шилэн аяганд хийж 200 мл орчим усаар шингэлнэ. CMP холимог индикатор (5.55) нэмээд калийн гидроксидын уусмал (5.25) 2 мл-3мл-г ногоон өнгө үүстэл хутгалтын дор нэмнэ. Ногооноос улаан өнгө үүстэл EDTA стандарт уусмалаар титрлэнэ (V1).

EDTA стандарт уусмалын концентраци (моль/л)-ийг дараах томьёогоор тооцоолно.

 （1）

Үүнд:

*c*（EDTA）—— нь EDTA стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л;

V1—— нь титрлэлтэнд зарцуулагдсан EDTA уусмалын эзлэхүүн, мл;

*m*1—— нь кальцийн карбонатын стандарт уусмалын 5.49-ийн дагуу бэлтгэсэн кальцийн карбонатын масс, гр;

100.09—— CaCO3 молийн масс, г/моль

* + - 1. EDTA стандарт титрийн уусмалаар оксидуудын титрийг тооцоолно.

Төмрийн (III) исэл, хөнгөнцагааны исэл, кальцийн исэл, магнийн исэлийг калийн гидроксид ба этанолын стандарт титрлэлтийн уусмалын миллиграммаар (2), (3), (4), (5)

＝*c*（EDTA）×79.84 （2）

*T*Al2O3＝*c*（EDTA）×50.98 （3）

*T*CaO＝*c*（EDTA）×56.08 （4）

*T*MgO＝*c*（EDTA）×40.31 （5）

Үүнд:

*T*Fe2O3 ——EDTA стандарт титрийн уусмалын төмрийн (III) ислийн титр, мг/мл

*T*Al2O3 — EDTA стандарт титрийн уусмалын хөнгөнцагааны ислийн титр, мг/мл

*T*CaO—— EDTA стандарт титрийн уусмалын кальцийн ислийн титр, мг/мл

*T*MgO——EDTA стандарт титрийн уусмалын магнийн ислийн титр, м/мл

*c*（EDTA）—— нь EDTA стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль/л;

79.84—— (1 / 2Fe2O3) молийн масс, г/моль;

50.98—— (1 / 2Al2O3) молийн масс, г/моль;

56.08—— нь CaO-ийн молийн масс, г/моль;

40.31—— MgO-ийн молийн масс, г/моль;.

Зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмал〔*c*（CuSO4）=0.015моль/л 〕

* + - 1. Зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмал бэлтгэх

Зэсийн сульфат (CuSO4\*5H2O) – с ойролцоогоор 3.7 ± 0.0001 г жинлэнэ .Ойролцоогоор 200 мл усанд уусгаад 4 ~ 5 дусал хүхрийн хүчил (1 + 1) нэмээд 1л хүртэл шингэлнэ. Зэсийн сульфат (CuSO4 • 5 H2O) 3.7 грамм жинтэй. 200 мл усанд уусгаад 4 ~ 5 дуслаар хүхрийн хүчил (1 + 1) нэмээд 1л хүртэл шингэлээд сайтар сэгсэрнэ.

**5.51.2** EDTA стандарт титрийн уусмал ба зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүний тохируулга

400 мл-ийн шилэн стакан руу бюреткээс 10 мл ~ 15мл EDTA стандарт титртийн уусмал (5.50)-аас аажмаар хийж 15 мл рН 4.3 буферын уусмал (5.31) нэмж буцалгаад огцом хөргөөнө. Дараа нь 5 ~ 6 дуслын индикаторын уусмал (5.59) -ыг нэмж, уусмалыг зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмалаар ягаан өнгө хувиртал титрлэнэ.

EDТА-ийн стандарт титрийн уусмал ба зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүний харьцааг тооцоолох (6):

 （6）

Үүнд

K1 ——нь зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмал дахь EDTA стандарт титрлэлтийн уусмалын эзлэхүүний харьцаа;

V2——нь EDTA стандарт титрийн уусмалын эзлэхүүн, мл;

V3——нь зэсийн сульфатын стандарт титрийн уусмалын хэмжээ, мл.

Ацетат хартугалганы стандарт титрийн уусмалыг бэлтгэх [*c* Pb(CH3COO)2=0.015моль/л]

* + - 1. Хар тугалганы хүчиллэг стандарт титрийн уусмал бэлтгэх

Ойролцоогоор 5.7 г хартугалганы ацетатыг (Pb(CH3COO)2) жинлэнэ .Ойролцоогоор 200 мл усанд уусгаад, 4 ~ 5 дусал хүхрийн хүчил (1 + 1) нэмээд 1л хүртэл шингэлнэ.

**5.52.2** EDTA стандарт титрийн уусмал ба ацетат хартугалганы стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүний харьцаа

10 мл рН6 буферийн уусмал (5.32), 7 ~ 8 дусал хагас xylenol улбар шар өнгийн индикаторын (5.62) уусмал нэмээд 300 мл-ийн хэмжээтэй шилэн саванд хийж 10 мл ~ 15мл EDTA стандарт титрлэлтийн уусмал (5.50) хар тугалганы хүчиллэг стандарт титрлэлтийн уусмалаар титрлэхэд улаан өнгөтэй байна.

EDTA стандарт титрлэлтийн уусмалын эзэлхүүний харьцааг тооцоолох (7) томъёогоор цууны хүчлийн стандарт титрлэлтийн уусмалыг тооцоолох:

 （7）

ба

*K*2—— нь EDTA титрийн уусмалаар цууны хүчлийн хар тугалгын стандартад заасан титрлэлтийн уусмалын харьцаа;

*V*4—— нь EDTA стандарт титрлэлтийн уусмалын эзлэхүүн, миллилитрээр;

*V*5—— нь цууны хүчлийн хар тугалгын стандарт титрлэлтийн уусмалын хэмжээ, миллилитрээр.

Натрийн гидроксидийн уусмал, ойролцоогоор 0.15моль/л

* + - 1. Бэлтгэл

30 гр натрийн гидроксид (NaOH) -ыг усанд уусгаад 5л хүртэл дүүргээд сайтар сэгсэрч, хуванцар саванд таглаад (натрийн шохойг хатаах гуурсан хоолой) эсвэл хатуу шилэн саванд хийж хадгална.

* + - 1. Стандартчилах

Жинд ± 0.0001г, 0.8 г (м3) калийн устөрөгчийн фталат (C8H5KO4, жишиг стандарт урвалж) жинлэж, ойролцоогоор 200 мл хүйтэн болон буцалсан устай 400 мл шилэн аяганд хийж, усыг саармагжуулахын тулд натрийн гидроксидын уусмалыг фенолфталеин ашиглан улаан өнгөтэй, түүнийг татан буулгаж, фенолфталеины индикаторын уусмал (5.57) 6 ~ 7 дуслыг нэмж, натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалаар титрлэх.

Томъёо (8) -аар натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын агууламжийг тооцоолно:

 （8）

Үүнд

c(NaOH）—— нь натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль / л;

*V*6—— нь натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын эзлэхүүн, мл;

*m*2 —— нь калийн гидро фталатын масс, г;

204.2 —— Калийн гидро фталатын молекул жин, г/моль

* + - 1. Томъёо (9) -өөр натрийн гидрооксидын стандарт титрийн уусмалын цахиурын ислийн титрийг тооцоолох:

*T*SiO2＝*c*（NaOH）×15.02 （9）

Үүнд

*T*SiO2 —— нь натрийн гидроксид стандарт титрийн уусмалын цахиурын ислийн титр, мг/мл;

*c*（NaOH）—— нь натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын концентраци, моль / л;

15.02—— 1/4 SiO2 -ийн молийн масс, г/моль.

**5.54 Бензойны хүчил –усгүй этилийн спиртийн стандарт титрийн уусмал**

***c*（C6H5COOH）=0.1mol/L〕**

**5.54.1 Бензойны хүчил болон усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалыг бэлдэх**

**12.2 грамм бензойны хүчлийг** (C6H5COOH) хатаах зууханд (6.5) 24 цаг хатаасны дараа, 1000 мл **усгүй этанолд** (5.9) **уусгаж,**  рензин бөглөөтэй (гуурсыг хатаах, цахиурын гель агуулсан) лонхонд хадгалана.

**Бензойны хүчлийн усгүй этанолын стандарт титтийн уусмал дахь кальцийн ислийн титр тогтоох**

**Тодорхой хэмжээний кальцийн карбонатыг** (CaCO3, үнэлгээний) шаазан эсвэл цагаан алтан тигельд хийж, шатаах зууханд хийн, 950оС-т тогтмол жинтэй болтол шатаана. Дараа нь 0,04 г кал**ьцийн ислийг жигнэн авч (m6), 250мл-н хатаасан конусан колбод хийнэ. 30 мл этилен гликол - этанолын уусмалаас, татрах конденстатрын хоолойд хийнэ. Хүчний шахуургыг нээж, уусмалуудыг тогтмол температур болон тогтмол хурдтайгаар хольж буцалгана. Этанол конденсацлагдахад үед тунадас үүсэх ба дараагийн 4 минутын турш багаар буцалган хутгах болно. Үүний дараа конусан колбо дахь Бензойны хүчлийн усгүй этанолыг холдуулж салгахад, титрэлтийн уусмалын улаан өнгө нь арилах болно.**

**Дараах томъёоны дагуу бензоны хүчил болон усгүй этанолын стандарт титтийн уусмалд зарцуулагдах кальцын ислийн хэмжээг олно.**

 （10）

Үүнд:

——Кальцийн ислийг тирлэх бензойны хүчил-усгүй этанолын стандарт уусмалын титр, г/мл;

*V*7—— **Бензойны хүчлийн усгүй этанолын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн**, мл;

*m*3——кальцийн давхар ислийн жин, г.

**5.55 Калцеин-метилфенол цэнхэр рифм-фенолфталеин хольц индикатор (үүний дараачаас КМФ холимог индикатор хэмээн тэмдгэлэгдэх болно )**

**1.000 грамм метилкалцеин, 1.000 грамм рифм цэнхэр , 0.200 грамм фенолфталеин бас 50 грамм** 105 ℃ ~ 110 ℃ **хатаасан калийн нитрат** (KNO3) холимог харьцаатай байна. Нунтагаар өргөн хошуутай лонхонд хадгална.

**5.56 Хүчлийн цэнхэр хром К-нафтол ногоон В холимог индикатор (үүний дараачаас КВ холимог индикатор хэмээн хэрэглэгдэнэ.)**

**1.000 грамм** хүчлийн цэнхэр хром К, 2.500 грамм нафтол ногоон В болон **50 грамм** 105 ℃ ~ 110 ℃ **хатаасан калийн нитрат** (KNO3) холимог байв. Нунтаглаад лонхонд хадгална.

**Титрэлтийн эцэст гарах өнгө нь зөв биш бөгөөд,** Хүчлийн цэнхэр хром К болон нафтол ногоон В харьцааг тогворжуулж үндэсний стандарт эсвэл стандарт материалтай харьцуулан батална.

**5.57** Фенолфталеин индикатор уусмал (10г/л)

1.000 грамм фенолфталеиныг 100 мл этанолд уусгана.

**5.58** Сульфосалицилийн хүчлийн натрийн индикатор уусмал (100г/л)

**10.000 грамм** сульфосалицилийн хүчлийн натрийн индикаторийг усанд уусгаад 100 мл болтол усаар шингэлнэ.

5.59 1 - (2 – пиридин азо) - 2 нафтол индикатор уусмал (ПAН) индикатор уусмал （2 г/л）

0.2 грамм 1 - (2 – пиридин азо) - 2 нафтол 100 миллитер этанолд уусгана.

5.60 Метил улаан илрүүлэгч （2г/л）

0.2 г метил улаан илрүүлэгч 100 мл этанолд уусгах.

5.61 Мөнгөний нитратын уусмал (5 г/л)

5 г мөнгөний нитратыг усанд уусгаад, 1 л хүртэл усаар шингэлнэ.

5.62 Хагас ксенол улбар илрүүлэгч уусмал (5 г/л)

0.5 грамм хагас ксенол улбар илрүүлэгчийг 100 мл усанд уусгах.

1. Тоног төхөөрөмж
   1. **Жин, ±0.0001 граммын нарийвчлалтай**
   2. **Цагаан алт, мөнгө, шаазан тигель,** 20 мл ~ 50 мл багтаамжтай.
   3. **Цагаан алтан аяга,** 50 мл ~ 100 мл багтаамжтай.
   4. Шаазан ууршуулах аяга 100 мл ~ 150 мл багтаамжтай.
   5. Эксикатор, цахиурын гелътэй
   6. Хатаах шүүгээ, （105±5）℃,（150±5）℃ болон（250±5）℃ температуруудад ажиллах боломжтой.
   7. Шатаах зуух, агааржуулагчтай ба （700±25）℃ болон（950±25）℃ температуруудад ажиллах боломжтой.
   8. Фильтерийн цаас, хурдан, дундаж, боломжийн гэсэн 3 төрлийн чанартай цаасууд
   9. Шилэн сав, хэмжээст колбо, пипетик, бюретек
   10. Холигч, соронзон холигч, халаагуур болон хурдны удирдлагатай
   11. Спектрофотометр, 400нм-800нм долгионы уртын мужид шингээлтийг илрүүлэх ба 10мм-20мм кюветтэй байх
   12. Дөлөн-Фотометр, тогтмол калийн 768нм болон натрийн 589нм долгионы урт болон спектрийн шугамын эрчимтэй байх.
   13. Хүхрийн кулон интеграл тест хийх төхөөрөмж, өндөр температурын зуухны хоолой, цахилгаан үүр, соронзон хутгагч болон кулон интегратор.
   14. Шаазан завь, 70мм-80мм урттай, 1200℃ халуунд тэсвэртэй.
   15. Чөлөөт шохой хэмжигч, халах, хутгах, цаг тохируулах функцитай ба эргэх конденсацитай.
2. **Сорьц бэлтгэл**
   1. **Туршилтын сорьцын чийгийн хэмжээг шалгах бэлтгэл явц**

**GB/T 12573 дээжлэлтийн аргын дагуу, сорьц нь төлөөлөх чадвартай байна. Буталсны дараа, 4 цэгийн арга эсвэл сорьц хуваах багжаар 200 грамм орчим болгон хуваана, 2 хэсэгт хуваан, 2 саванд хувааж хийн лацдан хадгалана. 1 сорьцыг чийгийг тодохойлох зориулалтаар, нөгөө нэгийг нь химийн анализ хийхэд ашиглана.**

* 1. **Туршилтын сорьц дээрх химийн анализийн бэлтгэл явц**

**Сорьц дээрх химийн анализийн хувьд,** 105 ℃ ~ 110 ℃ -т хатааж, өрөөний температур хүртэл хөргөнө. Буталж тээрэмдсэний дараа соронзон шүүлтүүр ашиглан материал дахь 150 микрометрийн металл төмрийн агууламжийг шүүн хүчтэй сэгсрэн хольж, сорьцоо шилэн саванд хийж, 105 ℃ ~ 110 ℃ дулаанд 2 цагийн турш хатааж, агааргүй битүү орчин уруу шилжүүлнэ

1. **Чийгийн хэмжээг тодорхойлох-хатаах арга**
   1. **Зарчим**

**Сорьц дахь усны агууламж нь** 105 ℃ ~ 110 ℃ дулаанд бүрэн уурших ба үүний дараа нь тасалгааны температур хүртэл хатаагчинд хөргөж, жигнэнэ.

* 1. **Үйл явц**

**10**±0.0001 грамм жинтэй чийгшилтэй сорьцоо (7.1) тодорхой жинтэй цагийн шил дээр тавина. Салхин хатаах зууханд хийж 105 ℃ ~ 110 ℃ дулаанд 1 цагийн турш халаагаад, хатаах зууханд (6.5) хийн өрөөний температур хүртэл хөргөөж тогтмол хариу гарах хүртэл нь дахин дахин жинлэнэ.

* 1. **Тооцоолол болон үр дүн**

**Ажиглагдсан ууршилтын алдагдалтыг дараах томъёны дагуу тооцоолох:**

 (11)

Үүний:

——чийгшэлийн харьцангуй масс, хувиар;

*m*4——сорьцын анхны масс, граммаар;

*m*5——хатаасан сорьцын масс, граммаар.

**9 Шатаалтын хорогдолыг тодорхойлох- шатаалтын хорогдол**

**9.1 Зарчим**

Шатаалтын хорогдолыг тооцолохын тулд исэлдлийн орчинг тооцолно. (950 ± 25) °C –т шатаахад карбоны давхар исэл, ус болон бусад исэлдэх бодисууд нь бодисоос исэлдэн гадагшилдаг.

**9.2 Үйл явц**

1± 0.0001 грамм химийн сорьцоо (*m*7) тогтмол жинтэй болсон тигельд хийнэ. Тигельтэй сорьцыг цахилгаан шатаах зууханд хийнэ. Бага температураас бага багаар температураа өсгөж (950 ± 25) °C хүргэнэ. 15-20 минут шатаасны дараа, тигелээ гаргаж тасалгааны температур хүртэл эксикаторт хөргөнө. Үүний дараа тогтмол хариу гарах хүртэл дахин дахин жинлэнэ.

**9.3 Тооцоолол болон үр дүн**

Шатаалтын хорогдолыг дараах томьёогоор тооцоолж, хувиар илэрхийлнэ:

 （12）

Үүнд:

*w*LOI——Шатаалтын хорогдол,%

*m*6——сорьцын анхны жин, г

*m*7——шатаасны дараах бодисын жин, г

**10 Цахиур тодорхойлох - Калийн фтортсиликатийн эзэлхүүний арга**

**10.1 Зарчим**

Хүчтэй хүчлийн уусмал дахь тунасан хайлуур жонш, калийн ионын силикат калийн фторт силикат (K2SiF6) зэргийг ууршуулна. Шүүлтүүрийн дараа угааж, үлдэгдэл хүчлийг саармагжуулж, калийн фосфатик гидролизыг ууршуулахын тулд ханасан ус нэмнэ. Үүнийг фторт устөрөгчийн хүчил гэнэ. Дараа нь фенолфталеин индикаторийн оролцоотой натрийн гидроксидоор титрлэнэ.

**10.2** Бэлтгэл Ажил

Бэлтгэх зүйлс 0.5± 0.0001г цемент (m8) хэмжиж аваад мѳнгѳн тигельд зайтай байрлуулна. Үүнийгээ ѳндѳр температурын зууханд 700 ℃ - 750 ℃ температурт 15 мин - 20 мин хайлуулаад дараа нь хѳргѳнѳ. Хѳрсний дараа 6г - 7г натрийн гидроксид нэмж бага температурт байлгана. Үүний дараа дахин 700 ℃ - 750 ℃ хүртлэх халуун зууханд хайлтал нь 30минутын турш халаана. Халсан обьектийг зѳѳлѳн сэгсэрнэ. 300 мл-ийн шилэн аяганд ойролцоогоор 100 мл халуун ус руу хийж хѳргѳнѳ. Ингэснээр бүрэн уусаж тиглээс авна. Үүний дараа 30мл давсны хүчилтэй битүү саванд холино. Дараа нь 2 мл - 5мл азотын хүчил дээр халуун давсны хүчил нэмнэ (1+5) .Солих уусмал нь 2 мин - 3 минутын турш халаана. 250 мл хэмжээст колбонд хийж хэмжээс хүртэл шингэлж сайтар сэгсэрнэ. Энэ уусмалыг цахиур (10.3), төмрийн исэл (11.2), 3 исэлдэлт 2 хөнгөн цагаан (12.1.2 эсвэл 12.2.2 дугаар зүйл) хэсэг 14.2), магнийн исэл, кальцийн исэл (хэсэг 15.2), титаны давхар исэл (хэсэг 13.2) тодорхойлоход хэрэглэнэ.

**10.3** Үйл явц

10.2 ийн дагуу бэлдсэн уусмалаас 50 мл ийг пипетаар таслан авч 300 мл ийн полиэтилен саванд хийгээд 15 мл азотын хүчил нэмээд, хутгаж 30°С ээс доор температурт хөргөнө. Калийн хлорид (5.35) хийгээд ханатал нь болгоомжтой хутгаад, бага хэмжээний калийн хлорид тунадасжсны дараа 2 г калийн хлорид нэмж, анхааралтай хутган бүхэл хэсгүүдийг бяцлан бүрэн ханасан калийн фторид болгон, 10мл калийн фторидын (5.38) уусмал нэмэн хутгалтын дор 30оС хүртэл хөргөөд, 15-20 мин хутгаж байлгана. Дараа нь дунд зэргийн нягттай фильрээр шүүж, стаканы ханыг угааж хийгээд, тунадасыг калийн хлоридын уусмалаар (5.36) угаана. Угаах уусмалын хэмжээ 30 мл-с хэтэрч болохгүй. Тунадастай фильтрийн цаасыг анхны стаканд буцаан хийж 15 мл калийн хлорид-этанолын уусмал 30оС-н болон 1 мл фенолфталейн индикаторийн уусмал нэмнэ. Натрийн гидроксидын титрийн уусмалаар (5.53) хүчлийг саармагжуулна.

Хүчиллэг орчинг филтерийн цаасаар хэмжээд, уусмалд тунадас үүсж буй эсэхийг шалгана, дараа нь шингэлэх ба 30мл илүүгүй шингэн ашиглана.

10.4 Тооцоолол болон Үр дүн

Цахиурын хэмжээг дараах томьёог ашиглан олно уу:(13):

 （13）

Үүнд

——цахиурын давхар ислийн агууламж, %;

——цахиур дахь натрийн гидрооксидийн уусмалын титр;

*V*8—— натрийн гидроксидын стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн;

*m*8——сорьцын жин.

**11 Төмрийн (III) ислийг тодорхойлох ——EDTA –н шууд титрлэлт**

**11.1 Зарчим**

60 ℃ ~ 70 ℃ болон рН 1.8-2.0 хүчиллэг орчинтой уусмал, натрийн сулфосалицилатийг илрүүлэгч болгон, EDTA уусмалаар титрлэнэ.

**11.2 Үйл явц**

300 мл (10.2) шилэн аяга бүхий уусмалаас 25.00 мл таслан авч, 100 мл усаар шингэлнэ. Уусмалын рН 1.8-2.0-н хооронд байхаар аммиак (1+1) болон давсны хүчил (1+1) тохируулна. (рН цаасаар хүчлийн орчинг тохируулна). Уусмалыг 70℃ хүртэл халааж, 10 дусал натрийн сулфосалицилат индикатор нэмнэ. EDTA титрлэлт хийж уусмалын (5.50) өнгө өөрчлөгдөж өнгөгүй болох эсвэл тод шаргал өнгөтэй болгоно. (уусмалын температур 60 ℃ доош байх ёсгүй бөгөөд дуусахаас өмнө 60 ℃ хүртэл хөргөх ба тэрнээс өмнө 65 ℃ ~ 70 ℃ хооронд халааж байна. ) Уусмалаа хөнгөнцагааны ислийг тодорхойлох зорилгоор хадгална.

**11.3 Тооцоолол болон үр дүн**

Төмрийн (III) ислийн агууламжийг хувиар тооцоолоход дараах томъёог ашиглана.

 （14）

Үүний:

——төмрийн ислийн агууламж, хувиар;

——EDTA стандарт титрийн төмрийн ислийн уусмал дээрх хэмжээ, мг/мл

*V*9—— EDTA стандарт титрийн хэмжээ, мл;

*m*8——10.2д хэргэлэгдсэн туршилтын сорьцын масс, грамм.

**12 Исэлдсэн хөнгөнцагааныг тодорхойлох**

**12.1 Хар тугалганы давс-аммониум фторид (харьцуулах арга)**

**12.1.1 Зарчим**

EDTA дагуу, уусмалын рН орчинг 6.0 болгоход, буцалгаж хөнгөн цагаан болон бусад металлыг EDTA-тай нэгтгэж, хагас ксиленол улбарыг илрүүлэгч болгон хийж, хар тугалгын давсыг ихээр EDTA-д хнйнэ мөн аммониумын фторид хийж, буцалган аммониумтай EDTA-г EDTA-р халалцана. Хар тугалгын ацетат EDTA стандарт титрэлтийн уусмал солигдож үүнээс хар тугалгын хэмжээг олно.

**12.1.2 Үйл явц**

11.2 дугаар хэсэг дээрх титрлэгдсэн төмрийн ислийн уусмалд 10мл α-гидроксифенил цууны хүчил (5.44) нэмж, араас нь илүүдэл төмөр нэмээд бас 10-15мл хөнгөн цагааны EDTA стандарт титрлэсэн уусмал нэмнэ. Аммиакаар уусмалын рН орчинг 6 болгон буфер уусмал гаргаж (5.32), халааж 3-5 минут буцалгана. Үүний дараа өрөөний температур хүртэл хөргөж 7-8 дусал хагас ксиленол улбар илрүүлэгч уусмал хийж, хар тугалгын ацетатаар (5.52) шар өнгөнөөс нь улбар шар болтол нь титрлэнэ. Үүний дараа 10мл аммоны фторидийн уусмал хийж халаан 1-2 минут буцалгаад өрөөний температур хүртэл хөргөөд, 2-3 дусал хагас ксиленол улбар илрүүлэгч уусмал (5.62) хийнэ, үүний дараа өмнөх үйлдлийг дахин давтана.

**12.1.3 Тооцоолол болон үр дүн**

Хөнгөн цагааны ислийн хувийг тодорхойлоход дараах томъёог ашиглана уу:

 （15）

Үүнд:

——Хөнгөнцагааны ислийн харьцангуй масс, %;

—— Хөнгөнцагааны исэлд EDTA стандарт титрлэсэн уусмалын титр, mg/ mL;

*K*2—— EDTA стандарт титрлэсэн уусмалын хэмжээ болон хүчиллэг хар тугалгын титрлэсэн уусмалын хэмжээ хоёрын эзэлхүүний харьцуулалт;

*V*10—— хар тугалганы ацетатын эзэлхүүн, мл;

10——бүх сорьцын уусмал болон нийт уусмалын харьцаа;

*m*8——10.2д хэрэглэгдсэн туршилтын сорьцын масс, г

**13 Зэсийн сульфатын титрлэлт /сонгомол бус арга/**

**13.1 Зарчим**

Төмрийн уусмалыг титрлэсний дараа, Хөнгөнцагаан болон титаны EDTA стандарт титрлэлтийн илүүдэл уусмалыг нийлүүлж, рН орчинг 3,8-4 болгон ПАН илрүүлэгчээр шалган, илүүдэл зэсийн сульфатаар титрлэнэ.

**13.2** Үйл явц

EDTA стандарт титрэлийн уусмал (5.50) 10-15 (Хөнгөнцагаан болон титаны агууламжтай) мл гарсан илүүдэлийг 11.2 дээрхи төмрийг хэмжихэд хэргэлэж, 150-200 мл усаар шингэлнэ. Уусмалаа 70-80 градус хүртэл халааж, хэдэн дусал аммониа нэмэн рН орчинг 3-3.5 болгоно. Үүний дараа халаан 1-2 минут буцалгаад, 4-5 дусал ПАН илрүүлэгч уусмал хийнэ. Зэсийн сульфатиар чернелийн ягаан өнгө гартал титрлэнэ.

**13.3** Тооцоолол болон үр дүн

Хөнгөнцагааны ислийн хэмжээг тодорхойлоход дараах томъёог ашиглана уу:

 （16）

Үүнд:

——Хөнгөн цагааны ислийн харьцангуй масс;

——Титаны ислийн харьцангуй масс

—— EDTA стандарт титрийн уусмалын титр（mg/ mL）

V11——EDTA стандарт титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл;

V12——Зэсийн сулфатийн титрийн уусмалын эзэлхүүн, мл;

K1——EDTA стандарт титрийн уусмал болон зэсийн сулфатийн титрийн уусмалын эзэлхүүнүүдийн харьцаа；

m8——10,2 дээр хэргэлэгдсэн туршилтын сорьцын масс.

**14 Титаны давхар ислийг тодорхойлох - диантипирилметаны спектрофотометрийн арга**

**14.1 Зарчим**

**Хүчиллэг орчинд, төмрийн (Fe3+) ионууд нь аскорбины хүчилтэй нэгдэж, TiO2+ болон диантипирилметан нь шар өнгөтэй нэгдэл үүсгэнэ. Уусмалын гэрэл шингээлтийг 420нм долгионы уртад хэмжинэ.**

**14.2 Үйл явц**

**10.00мл (10.2) дагуух уусмалыг пипетикдэж аван 100мл хэмжээст колбонд хийнэ, 10мл давсны хүчил (1+2), 10 мл аскробины хүчлийн уусмал нэмнэ, 5 минутын дараа 5 мл этанол, 20мл диантипирилметан уусмал нэмээд хэмжээс хүртэл усаар дүүргэнэ. 40 минутын дараа шингээлтийг фотометр ашиглан шалгах ба долгионы урт нь ойролцоогоор 420нм байна. Титаны массыг жиших муруйгаас олж болно.**

**14.3 Тооцоолол болон үр дүн**

**Титаны давхар ислийн хэмжээг дараах томъёог ашиглан олно уу:**

 （17）

Үүний：

——титаны давхар ислийн харьцангуй масс,%

*m*9——100мл уусмал дахь титаны давхар ислийн масс, мг

*m*8——10.2д хэргэлэгдсэн сорьцын масс

1. **Кальцийн оксидыг тодорхойлох – EDTA титрлэлт**

**15.1** Зарчим

PH-13 тай хүчтэй шүлтийн уусмалыг, триэтанол амины уусмалаар нөлөөллийг дарсны дараа, calcein methyl-thymol blue-phenolphthalein холимог индикатор ашиглан EDTA-н уусмалаар титрлэнэ.

Бэлдсэн уусмалын сорьцонд зориулан натрийн гидроксидыг хайлуулахдаа хүчиллэг уусмал дахь калийн фторыг нэмдэг.

**15.2** Ажиллах горим

10.2 ooc 25 мл уусмалыг 400мл-ийн шилэн аяганд дусаана. Эхлээд 15мл калийн фторт уусмалыг нэмэж , 2мин-аас дээш хутгаж байрлуулна. 5мл триэтаноламины уусмал(1+2) болон индикатортой холилдсон CMP холимгийг зохих хэмжээгээр нэмээд, ногоон өнгө илэрсэний дараа калийн гидроксидын уусмалыг (5.26) жигд хутгалттай 7-8мл н илүүдэл хийнэ. Ногоон өнгө алга болж улаан өнгө (V13) лүү хувирах хүртэл EDTA уусмалаар (5.50) титэрлэ.

**15.3** Үр дүнгийн тайлбар болон бодолт

Kальцийн оксидын агууламжийг (18) томьёогоор тооцоол.

 （18）

Үүнд:

*w*CaO—— энэ нь кальцийн оксидын харьцангуй масс хувиар/

*T*CaO—— кальцийн оксидын титрийн хэмжээг EDTA стандарт титрийн уусмалаар, мг/мл

*V*13—— титрлэхэд ашигласан тирийн уусмалын эзлэхүүн, мл

*m*8—— 10,2-д ашигласан сорилын дээжний масс /грамм/

**16 Магнийн ислийг тодорхойлох - EDTA титрлэлтийн алдагдал**

**16.1** Үндэс.

PH-10-тай уусмалд, калийн натрийн тартрат ба триэтаноламиныг нөлөөллийг дарагчаар ашиглан K-B холимог индикаторын оролцоотойгоор EDTA уусмалаар титрлэнэ.

Дээжийн манганы исэлийн агууламж 0,5%-иас их үед гидроксиламин, гидрохлорид, кальци, магни, манганы тодорхойлолт магнийн ислийн агуулагын хэмжээг багасгана.

**16.2** Ажиллах горим

**16.2.1** Манганы ислийн агууламж 0.5%-иас бага байхад,

10.2-аас 25мл уусмалыг 400мл-ийн шилэн аяганд хийнэ. Эхлээд 15мл калийн фторт уусмалыг(5.39) нэмээд 2 мин-аас илүү хутгаж байрлуулна. 200мл хүртэл усаар дүүргэнэ. 2мл калийн натрийн тартрат уусмал (5.34) нэмээд 10мл триетаноламин (1+2) нэмээд хутгана. 25мл PH-10 тай буферийн уусмалыг нэмээд, багахан K-B-н холимиг индикатор нэмнэ. EDTA-н уусмалаар титрлэж, сүүлийн титрлэлтийн хавьцаа, цэвэр цэнхэр өнгө гаргаж авахын тулд удаанаар титрлэлтээ хийх хэрэгтэй.

Магнийн ислийн агууламжийг хувиар томьёо (19)-ыг ашиглан тооцно.

Үүнд:

*w*MgO——магнийн исэлийн агууламж, %

*T*MgO—— магнийн оксидын титрийн хэмжээг EDTA стандарт титрийн уусмалаар, мг/мл

*V*14—— титрлэхэд ашигласан титрийн уусмалын эзлэхүүн, мл

*V*13——EDTA стандарт уусмалын кальцийн оксидын хэмжээ 14,2мл дэхь

*m*8——10,2-д ашигласан сорилын дээжний масс /грамм/

16.2.2 Манганы ислийн аггууламж 0.5%-иас их байхад,

Титрлэхээс өмнө гидроксиламин гидрохлорид (5.23)-аас 0.5 г аас 1 г -г нэмж, /үндсэн дүн шинжилгээ хийх алхам 15.2.1/

Манганы ислийн агууламжийг хувиар томьёо /20/-г ашиглан бод.

 （20）

Үүнд:

*w*MgO—— магнийн исэлийн агууламж, %

*T*MgO—— магнийн оксидын титрийн хэмжээгEDTA стандарт титрийн уусмалаар, мг/мл

*V*14—— титрлэхэд ашигласан тирийн уусмалын эзлэхүүн, мл

*V*13—— EDTA стандарт уусмалын кальцийн оксидын хэмжээ 14,2мл дэхь;

*m*8——10,2-д ашигласан сорилын дээжний масс , г

*w*MnO—— 16.2-р магнийн исэлийн массын фракц, %

0.57 ——магнийн оксидыг манганийн оксид ангижруулах коэффициент.

**17** **Манганы моноксидийг тодорхойлох – Калийн периодиттой үйлчлэн спектрофотометрийн аргаар тодорхойлох**

**17.1 Зарчим**

Хүхрийн хүчиллэг орчинд, төмрийн (Fe3+) ионууд фосфорын хүчил, манган нь калийн иодын хүчлийн давсаар исэлдэж марганц хүчлийн давс (MnO4-) үүсгэнэ. Уусмалын шингээлтийг 530нм-т хэмжинэ.

**17.2 Үйл явц**

Химийн шинжилгээний дээжээс цагаан алтан тигельд 0.5±0.0001г дээжийг хэмжиж аваад, 3 г бура содын холимогийг нэмээд хутгана. 950 ~ 1000 °C –т 10 минут хайлуулна. Хөргөсний дараа, тигелээ 50мл-ийн азотын хүчил (1+9), 100мл-ийн хүхрийн хүчил (5+95) агуулсан 400мл-ийн стаканд байрлуулаад бага зэрэг буцалтал нь халаана, ингэж хайлмал материалыг бүрэн уустал нь буцалгана. Тигелээ усаар угаана. Шуурхай шүүлтүүрийн цаасаа 250мл-ийн колбонд хийж шүүгээд халуун усаар хэд хэдэн удаа угаана. Өрөөний температурт хөргөөд уусмалыг усаар шингэлнэ.

50мл-ийн уусмалыг таслан авч 150мл-ийн стаканд хийнэ, 5мл-ийн фосфорын хүчил (1+1), 10мл-ийн хүхрийн хүчил (1+1) болон 1г калийн пер иодит (5.22)-ыг уусмалдаа нэмнэ. Буцалтал нь халааж , уусмалын өнгө дээд цэгтээ хүртэл нь 15 минутын турш зөөлөн халаана. Өрөөний температурт хөргөөд стакантай уусмалыг 100мл-ийн хэмжээст колбонд хийгээд хэмжээс хүртэл усаар шингэлнэ. 530нм долгионы урт 10 мм –н кювет ашиглан устай харьцуулан фотометрээр (6.11) уусмалын шингээлтийг хэмжинэ. Жиших муруй (calibration curve) ашиглан манганы моноксидын массыг (*m*11) олно.

* 1. **Тооцоолол болон үр дүн**

Томьёо (21)-р манганы моноксидын агууламжийг хувиар тооцох :

 （21）

*w*MnO - манганы моноксидын агууламж, %;

*m*11 - уусмал дах манганы моноксидын агууламж, мг;

*m*10 – туршилтын хэсгийн масс, г;

1. **Хүхрийн оксидыг тодорхойлох – Аль Тука арга (Харьцуулах арга)**

18.1 Зарчим

Дээжинд үүссэн сульфат хүхэр Аль Тука урвалжтай холин шатааж, сульфат ион барийн сульфатын тунадас үүсгэсний дараа, тунадасыг шүүн, тогтмол жинтэй болтол шатаана. Дээжинд буй нийт хүхрийн агууламжийг барийн сульфатын тунадас үүсгэн тодорхойлно. Хүхрийн гуравч ислийн агуулгын үр дүнг тооцоолон гаргана.

* 1. Үйл явц

Химийн шинжилгээнд (7.2) зориулан 1г (M12) дээжийг жинлэнэ. Шазаан тигельд 6г Аль Тука урвалжийг хийгээд, дээжээ холино. Зууханд хийж тасалгааны температураас 800 ℃ ~ 850 ℃ хүртэл халаагаад, 40-50мин байлгана. Тигелээ зуухнаасаа гаргаад өрөөний температурт хөргөнө. Тигельтэй шатаасан хольцоо шилэн саваагаар болгоомжтой хутгаж 400мл-ийн стаканд хийнэ. Тигелийнхээ дотор талыг халуун усаар угааж станканлуу хийнэ. 100мл-150мл халуун ус нэмээд, хутгаад, бүрэн хутгасныхаа дараа 10мл давсны хүчил нэмээд (1+1), хавтгай шилэн саваагаар, буцалтал нь 1-2 мин бага багаар халаагаад угаана. Дараа нягт фильтр ашиглан шүүгээд тунадасыг халуун усаар 10 удаа болгоомжтойгоор угаана, шүүгдсийн эзэлхүүн нь 200мл-250мл. Шүүгдэс дээр 2-3 дусал метил улаан индикаторын уусмалыг дусаагаад, улаан уусмал руу давсны хүчил (1+1) 10 мл нэмээд уусмалаа болгоомжтой буцалгана, буцалж байгаа уусмал дээр 10мл барийн хлоридын уусмалыг (5.27) нэмнэ, 4 цаг 50 ℃ ~ 60 ℃ -д хадгална, 12цаг болон түүнээс дээш хугацаанд өрөөний темлературт байлгана. Дараа нь тунадасыг нягт үнсгүй цаасан шүүлтүүрээр шүүж, хлорын ионыг арилтал халуун усаар угаана. Хлорын ионыг мөнгөний нитратаар (5.28) шалгана. Тунадасыг фильтерийн цаасны хамт 20мл-ийн шаазан тигельд хийж 800 ℃ ~ 850 ℃ муфелийн зууханд хүйтнээс нь тавьж, градустай хүрснээс хойш 30 минутаас илүү хугацаагаар шатааж гарган эксикаторт тасалгааны температур хүртэл хөргөөд, жигнэнэ.

* 1. Тооцоолол болон үр дүн

Томьёо-оос (22) сульфатын агууламжыг хувиар тооцох, SO3-аар илэрхийлэгдэнэ:

 （22）

- хүхрийн триоксидын агууламж, %

*m*13 – барийн сульфатын масс, г

*m*12- туршилтын хэсгийн масс, г

0.343-барийн сульфатаас хүхрийн триоксидод шилжүүлэх коефциент

**19 Хүхрийн триоксидыг тодорхойлох- Кулоны титрлэлт (Алтернатив арга)**

**19.1 Зарчим**

Дээжүүд нь катализаторын үйл явц дор, шаталтын задрал дах агаарын урсгал, хүхрийн диодсид болон хүхэр нь дээжинд калийн иодын уусмалаар болон иодын титрлэлтээс үүссэн электролит уусмал дах калийн иодоор шингээгдэнэ.

**19.2 Үйл явц**

Хоолойг өндөр температурт зуухыг 1150 ℃ ~ 1200 ℃-т байлгаж зохицуулахын тулд кулоны хүхрийн тест багажийг (6.13) ашиглана.

Шахуургаа ажиллуулаад 1000мл/мин урсгалын хурдтай болгож тохируулна. Соруулж байхдаа соронзон хутгуураа ажиллуулахын тулд 300мл (5.40) электролитыг хэлхээнд нэмнэ.

Потенциалыг тэнцвэржүүлэх: Шаазан завинд тодорхой хэмжээний дээж агуулсан бага зэргийн хүхэр хийгээд, ванадийн пентоксидын (5.24) нимгэн давхарга үүсгэн, шаазан завийг том кварц завинд хийн , зууханд байрлуулан кулоны титрлэлт эхэлнэ. Хэрвээ туршилтын дараа кулон нэгтгэгч дэлгэцийн утга 0-г заавал, 0 биш болтол нь ахин тохируулна.

Химийн шинжилгээний 0.05г (m15) дээжийг ±0.0001г нарийвчлалтай хэмжин авч шаазан завин дээгүүр тараана. Дээж нь ванадийн пентоксидын нимгэн даввхаргаар (5.24) хучигдсан, кварцан завин дах шаазан завь, оруулсан дээжийн чанар (мг), дээж агуулсан шаазан завь болон кварцан завийг шатаах зуух руу илгээнэ, кулоны титрлэлт удалгүй эхэлнэ, туршилтын дараа стандарт дээжээр зөвлөсний дараа кулон нэгтгэгч үр дүнг нь хүхэр эсвэл хүхрийн триоксидын харьцангуй массыг (ws) харуулна.

**19.3 Тооцоолол болон үр дүн**

Томьёо-оос (23) хүхрийн триоксидын агууламжыг хувиар тооцох:

=2.5×*w*s （23）

- хүхрийн триоксидын агууламж, %

*w*s- хүхрийн масс фракц хувиар;

2.5-хүхрийн триоксидын харьцангуй атом массыг хүхрийн харьцангуй атом масстай харьцуулсан харьцаа

**20 Шүлтлэгийг тодорхойлох – Дөлийн фотометрийн арга**

**20.1 Зарчим**

Силиконыг арилгахын тулд дээжийг давсны хүчил болон хүхрийн хүчлээр ууршуулна, үлдэгдлийг нь халуун усаар гарган авна. Төмөр, хөнгөн цагаан, калци болон магнийг аммиак болон аммиакын карбонатаар салгана. Шүүлтүүр дэх кали болон натриийг спектрофотометрээр хэмжинэ.

**20.2 Үйл явц**

Химийн шинжилгээний 0.2г ±0.0001г дээжийг авч цагаан алтан таваг руу (Тефлон сав) хийгээд бага зэрэг усаар зайлна. 10мл давсны хүчил болон 1мл хүхрийн хүчлийг нэмнэ. Утаа сорох шүүгээнд байрлуулж холимогоо халаагчин дээр тавьж бага температурт халаана, цагаан алтан хавтангаа цалгиулахгүй сэгсэрнэ. Давсны хүчил дууссаны дараа аажмаар температураа ихэсгээд, хүхрийн триоксидын цагаан утааг арилтал халаана. Холдуулаад өрөөний температурт хөргөнө. Бага зэргийн халуун ус нэмээд, үлдэгдлийг нь резинэн толгойтой саваагаар бутална. 1 дусал метил улаан индикаторын уусмалыг (5.60) нэмээд, аммиактай шар болтол нь саармагжуулна (1+1), тэгээд 10мл аммиакын карбонат ын уусмалыг нэмээд хутгана. Халуун усаа нэмээд, уусмалыг 50мл хүртэл эзэлхүүнтэй болгоно. Цагаан алтан тавгийг халаагч дээр байрлуулаад утаа сорогч шүүгээндээ хийгээд буцалтал нь халаагаад, 20мин-30мин үргэлжлүүлээд халаана. Шуурхай шүүлтүүрийн цаасаар шүүгээд, халуун усаар угаагаад, хавтангаа резинэн толгойтой саваатайгаа цэвэрлэнэ.Шүүсэн болон цэвэрлэсэн зүйлсээ цуглуулаад 100мл колбонд хийгээд өрөөний температурт хөргөнө. Давсны хүчлээр (1+1) саармагжуулсан уусмал нь улаавтар байсан, усаар шингэлээд хутган хуванцар саванд хадгална. Дөл фотометр ашиглан, багажны зааварчилгааны дагуу, 5.47.2 шиг ижил багажтай нөхцөлд тодорхойлогдсон. Ажлын муруй дээр калийн оксид болон натрийн оксидын (*m*17) ,(*m*18) агууламжыг тус тус илрүүлнэ.

**20.3 Тооцоолол болон үр дүн**

Томьёо-оос (24,25) натрийн оксид болон калийн оксидын агууламжыг хувиар тооцох:

 （24）

 （25）

-калийн оксидын масс фракц хувиар;

-натрийн оксидын масс фракц хувиар;

*m*17 -250мл уусмал дах калийн оксид миллграмаар;

*m*18 -250мл уусмал дах натрийн оксид миллграмаар;

*m*16 -дээжийн масс грамаар.

**21 Шохойг (CaO) тодорхойлох – Этилен гликолын арга**

**22.1 Зарчим**

Зөөлөн буцлах температурт, шохойн болон этилен гликолын дээжээр бага зэргийн шүлтлэг гликол калцийг үүсгэнэ, бензоик хүчилтэй, усгүй этанол стандарт уусмалаар фенолэтилины улаан индикатораар титрлэнэ.

**22.2 Үйл явц**

**Химийн шинжилгээний 0.5г** ±0.0001г дээж аваад (7.2), 250мл конус хэлбэртэй хуурай колбонд хийж байрлуулна. 30мл этилен гликол- этанол уусмал нэмээд, татлага конденсатор хоолойг байрлуулна, шохойн метрт хийнэ (6.15). Төхөөрөмжөө асаагаад, тохирсон хурдаар уусмалаа хутгаж байхдаа халаагаад, буцалгана. Этанол конденсацлагдан дусалж эхлэхэд, үргэлжлүүлэн хутгаад 4мин дараа зөөлөн буцалгана, конус хэлбэртэй колбоо салгаад, хуурай шүүлтүүрэн юүлүүр аваад шүүнэ, 3 удаа усгүй этанолоор (5.9), 250мл-ийн хуурай шүүлтүүртэй саванд шүүсэн болон ыэвэрлэсэн зүйлсээ хийнэ. Удалгүй бензоик хүчлээр, усгүй этанол (5.54) стандарт титрлэсэн уусмалаар улаан өнгийг арилтал титрлэлт хийнэ.

**22.3 Тооцоолол болон үр дүн**

Томьёо-оос (26)шохойн агууламжийг хувиар тооцох:

 （26）

*wf*CaO-шохойн масс фракц хувиар;

*T*CaO-кальцийн оксидын бензоик хүчил- усгүй этанол титрлэсэн стандарт уусмал грам/миллметр;

*V*16- бензоик хүчил- усгүй этанол титрлэсэн стандарт уусмал милллитрээр;

*m*19- 10.2-д ашиглагдсан туршилтын хэсгийн масс грамаар;

**23 Таарцын хязгаар ба тохирцын хязгаар**

Энэ стандартад тоочсон таарц болон тохирцын хязгаарууд нь жингийн хувь байдлаар, процентоор илэрхийлсэн үнэмлэхүй хазайлт юм.

Тохирцын тохиолдолд шинжилгээний 2 үр дүнгийн хоорондох зөрүү нь нэг ижил дээжийг шинжлэхэд энэ стандартад тоочсон аргуудыг хэрэглэж байгаа үед нэрлэсэн тохирцын хүрээнд (3-р хүснэгтийг харах) байх ёстой. Хэрэв тохирцын хязгаарыг давсан байвал гурав дахь тодорхойлолтыг богино хугацаанд хийх хэрэгтэй. Хэрэв хэмжсэн үр дүн болон өмнөх 2 үр дүн юмуу аль нэг шинжилгээний үр дүнгүүд хоорондын зөрүү нь давталтын (тохирцын) хязгаартай нийцэж байвал дундаж утгыг авна. Үгүй бол, шинжилгээний дээрх нөхцлүүдийн дагуу шалтгааныг олох хэрэгтэй.

Таарцын нөхцөлд шинжлэгдсэн үр дүнгүүдийн дундаж утгууд хоорондын зөрүү нь ижил дээжүүдийг энэ стандартад нэрлэсэн аргуудыг ашиглан шинжилж байгаа үед тоочсон таарцын хязгааруудын хүрээнд байна (1-р хүснэгтийг харах)

Химийн шинжилгээний аргын тохирц ба таарцыг 1-р хүснэгтэд үзүүлэв.

Хүснэгт 1

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Бүтэц | Тодорхойлох арга | Агууламжийн хүрээ % | Таарцын хязгаар % | Тохирцын хязгаар % |
| Усны агууламж | Хатаах арга |  | 0.05 | 0.10 |
| Шатаалтын хорогдол | Шатаах хасах |  | 0.15 | 0.25 |
| Цахиур | Кали Флүосиликат  Эзэлхүүний арга |  | 0.20 | 0.40 |
| Төмрийн оксид | ЭДТА  Титрлэх арга |  | 0.15 | 0.20 |
| Хөнгөн цагааны исэл  (Харьцуулах арга) | Аммиак фтор  Шилжих арга |  | 0.25 | 0.40 |
| Хөнгөн цагааны исэл  (Алтернатив арга) | Зэсийн сульфат Титрлэх арга | ≤15% | 0.25 | 0.40 |
| Титаны диоксид | Өнгө үүсгэх арга |  | 0.05 | 0.10 |
| Манганы оксид | Калийн иодын хүчлийн давс  Өнгө хэмжих исэлдэлтийн арга |  | 0.05 | 0.10 |
| Калцийн оксид | ЭДТА  Титрлэх арга |  | 0.25 | 0.40 |
| Магни | ЭДТА  Титрлэх хасах ялгаа | ≤2%  ＞2% | 0.15  0.20 | 0.25  0.30 |
| Хүхрийн триоксид (Харьцуулах арга) | АИ Тука арга |  | 0.15 | 0.20 |
| Хүхрийн триоксид (Алтернатив арга) | Кулоны титрлэлт |  | 0.15 | 0.20 |
| Калийн оксид | Дөл Фотометр |  | 0.10 | 0.15 |
| Натрийн оксид | Дөл Фотометр |  | 0.10 | 0.15 |

**ТӨГСӨВ**