**МОНГОЛ УЛСЫН СТАНДАРТ**

**Ангилалтын код 91.100.10**

|  |  |
| --- | --- |
| **Ган хайлуулах зуухны мөхлөгт шаарны химийн шинжилгээний аргууд** | **MNS GB/T 27975 : 2019** |
|  | **GB/T 27975 : 2011** |

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

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

1. **Хамрах хүрээ**

Энэхүү стандарт нь шааранд цахиур, төмрийн исэл, хөнгөнцагааны исэл, кальцийн исэл, магнийн исэл, марганцын исэл, титаны хоёрч исэл, фтор, нийт хүхэр, шатаалтын алдагдал, хлорид, усанд уусдаг 6 валентат хром, шүлтийн агуулга, хүхрийн гуравч исэл, усны агууламжийг тодорхойлох химийн шинжилгээний аргуудыг зааж өгдөг.

Энэхүү стандартыг шаар болон энэ стандартад заасан бусад материалуудын химийн шинжилгээнд хэрэглэнэ.

1. **Норматив ишлэлийн файлууд**

Дараах баримт бичгүүд энэ баримт бичигт норматив ишлэл байдлаар орсон. Он заасан ишлэлийн хувьд зөвхөн дурьдсан хэвлэлийг хэрэглэнэ. Он заагаагүй ишлэлийн хувьд, иш татсан баримт бичгийн хамгийн сүүлийн хэвлэл (аливаа засвар, нэмэлт өөрчлөлтийг оруулаад) хэрэглэнэ.

GB/T176 Цементийн химийн шинжилгээний аргууд

GB/T2007.1 Бөөн дээж авах гар аргын дээж авах болон дээж бэлтгэх ерөнхий дүрэм

GB/T6682 Шинжилгээний лабораториудын хэрэгцээний усны шинж чанар ба туршилтын аргууд

GB/T17671 Цементийн зуурмагийн бат бэхийг турших арга (ISO арга) (GB/T17671-1999, IDT ISO 679:1989）

JC/T681 Planetary цемент зуурагч (орч. тайлбар: эргэлдэгч ирнүүд савыг тойрон тойрог/зууван замаар давхар эргэж гариг маягаар тойрон эргэлдэх учир planetary гэж нэрлэсэн)

1. **Сорилтод тавигдах ерөнхий шаардлагууд**
   1. Туршилтыг гүйцэтгэх тоо

Тодорхойлолт тус бүрийг 2 удаа гүйцэтгэнэ. 2 туршилтын үр дүнгүүдийн дундаж утгыг туршилтын үр дүн гэж үзнэ.

Хэрэв өөрөөр заагаагүй бол химийн шинжилгээний явцад шатаалтын алдагдлыг нэг зэрэг тодорхойлох хэрэгтэй; хоосон туршилтыг нэг зэрэг явуулж үр дүнг залруулах хэрэгтэй.

* 1. Масс, эзэлхүүн, титр болон үр дүнг илэрхийлэх

0.0001 г нарийвчлал хүртэлх тоог илэрхийлэхийн тулд граммыг, 0.01 мл нарийвчлал хүртэлх эзлэхүүнийг илэрхийлэхэд мл-ийг ашиглан титриметрийн нэгжийг мг/мл-ээр илэрхийлнэ.

Бүх шинжилгээний үр дүнг жингийн хувиар илэрхийлж тайлбар өгнө. Шинжилгээний үр дүнг аравтын бутархайн цэгээс хойш 2 оронтой тооны %-р илэрхийлнэ (Шинжилгээний үр дүнг зууны нарийвчлалтай %-р илэрхийлнэ).

* 1. Хоосон туршилт

Дээжгүйгээр ижил урвалжийг ашиглан туршилтыг ижил үе шаттайгаар хийж гүйцэтгээд шинжилгээний үр дүнг засварла.

* 1. Шатаалт

Өмнө нь шатааж жигнэсэн тигельд фильтрийн цаасыг хийж тунадасжуулна. Дараа нь гал дүрэлзэхээс зайлсхийж аажим хатааж, исэлдүүлэгч орчинд үнсжүүлнэ, ингэхдээ хар тоосонцоргүйгээр үнсжүүлнэ. Тэдгээрийг өндөр хэмийн зууханд (5.6) заасан хэмд шатаагаад дараа нь тасалгааны хэм хүртэл хөргөөд жигнэнэ.

* 1. Тогтмол жинг тодорхойлох

15 минут тасралтгүй шатааж, дараа нь хөргөж жигнэх аргаар тогтмол жинтэй болтол шалгана. Дараалсан 2 жигнэлтийн хоорондох зөрүү 0.0005 г-аас бага болоход тогтмол жинд хүрнэ.

**3.6** Хлоридын ион байгаа эсэхийг шалгах (мөнгөний нитратын сорил)

Дүрэм ёсоор хэд хэдэн удаа угааж тунаасны дараа юүлүүрийн ёроолыг цөөн дусал усаар угаана, дараа нь фильтрийн цаас болон тунадсыг бага зэргийн (цөөн мл) усаар угаана. Шүүгдэснээс хуруун шилэнд авч хэдхэн дусал мөнгөний нитратын уусмалаас нэмэхэд хуруун шилэн дэх уусмал булингартаж байгаа эсэхийг ажиглана, хэрэв булингартай байвал дахин угааж, шалгах маягаар үргэлжилж, дахин булингартахгүй болтол мөнгөний нитратын уусмалаар шалгана.

1. **Урвалж бодис, материал**

**4.1** Ерөнхий зүйл

Ашиглах урвалжууд нь шинжилгээний цэврээс доошгүй цэвэршилттэй байна. Ашиглах ус нь GB/T 6682-д заасан усанд тавигдах шаардлагын 3 дахь түвшнээс доошгүй байна.

Энэ баримт бичигт хэрэглэх концентрацитай шингэн урвалж бодисуудын нягт нь 20°С (ρ) хэмд байх нягтад хамаарах бөгөөд шоо сантиметр тутмын граммаар (г/см3) илэрхийлэгдэнэ.

Өөрөөр заагаагүй бол , "%" нь жингийн хувь байна.

Химийн шинжилгээнд, хэрэглэж байгаа хүчил, аммиакийн концентраци нь тэмдэглэгдээгүй байвал тэр нь зах зээлд худалдаалж байгаа концентрацитай хүчил юмуу концентрацитай аммиак байдаг.

Урвалжийн шингэлэлтийг эзлэхүүний харьцаагаар илэрхийлнэ, жишээ нь, давсны хүчил (1+2) нь 1 эзлэхүүн концентрацитай давсны хүчлийг 2 эзлэхүүн устай хольсныг илэрхийлнэ.

* 1. Давсны хүчил (HCl)

1.18 г/см3～1.19 г/см3, жингийн хувь нь 36％～38％.

* 1. Фторт устөрөгчийн буюу хайлуур хүчил（HF）

1.13 г/см3，жингийн хувь нь 40％。

4**.4** Азотын хүчил (HNO3)

1.39 г/см3～1.41 г/см3, жингийн хувь нь 65％～68％.

* 1. Хүхрийн хүчил (H2SO4)

1.84 г/см3，жингийн хувь нь 95％～98％。

**4.6** Аммиакийн ус（NH3H2O）0.90 г/см3～0.91 г/см3，жингийн хувь нь 25％～28％。

**4.7** Этанол（C2H5OH）

Эзлэхүүний хувь нь 95% .

* 1. Калийн гидроксид буюу калийн шүлт（KOH）

Хатуу, битүүмжилсэн, хамгаалагдсан

* 1. Давсны хүчил шингэлэх（1＋1）

1 эзлэхүүн концентрацитай давсны хүчлийг 1 эзлэхүүн устай найруулах.

* 1. Хүхрийн хүчил шингэлэх（1＋1）

1 эзлэхүүн концентрацитай хүхрийн хүчлийг 1 эзлэхүүн устай холих.

* 1. Аммонийн гидроксидыг шингэлэх（1＋1）1 эзлэхүүн аммиакийн усыг 1 эзлэхүүн устай холих.

**4.12** Карбонат аммонийн уусмал（100 г/л）

10 г карбонат аммони ((NH4)2CO3)-ийг 100 мл усанд уусга. Хүрэн шилэнд хадгалах.

* 1. Хлорт барийн уусмал (100 г/л)

100 г хлорт барий (BaCl2, 2H2O)-ийг усанд уусгаад, 1 л хүртэл усаар шингэл.

* 1. Мөнгөний нитратын уусмал (5 г/л)

0.5 г мөнгөний нитратыг (AgNO3) усанд уусгаад 1 мл азотын хүчил нэмж 100 мл хүртэл усаар шингэл.

**4.15** Ацетон（CH3COCH3）

Шингэн, битүүмжилсэн，0.79 г/см3.

**4.16** Давсны хүчил（1.0 моль/л）

8.30 мл давсны хүчлийг 100 мл хүртэл шингэлээд сайн холих.

* 1. Давсны хүчил (0.04 моль/л）

0.30 мл давсны хүчлийг 100 мл хүртэл шингэлээд сайн холих.

**4.18** Дифенилкарбазидын уусмал

0.125 г дифенилкарбазидыг [(C6H5NHNH)2CO]] жигнэж аваад 25 мл ацетонд уусгана (4.15)，50 мл-ийн хэмжээт сав руу шилжүүлж хэмжээс хүртэл усаар шингэлээд сайн сэгсэрнэ. Үүнийг 7 хоногт ашиглана.

**4.19** Хлорид стронцийн уусмал (Стронци 50 г/л)

152.2 г хлорид стронцийг (SrCl2·6H2O) усанд уусга，1 л хүртэл усаар шингэл. Хэрэглэх үедээ хэрэв шаардлагатай бол шүүнэ.

**4.20** Калибровкийн (хэмжилтийн) муруй байгуулах

**4.20.1** Калийн исэл ба натрийн ислийн стандарт уусмал бэлтгэх

2 цагийн турш 105°С~ 110°С хэмд хатаасан хлорид калий（KCl, стандарт урвалж юмуу спектрийн цэвэршилтэй)-аас 1.5829 г-ыг, мөн адил хатаасан хлорид натрий (NaCl, стандарт урвалж юмуу спектрийн цэвэршилтэй)-аас 1.8859 г-ыг тус тус жигнэж аваад шилэн аяганд хийж усанд уусгана. Тэдгээрийг 1000 мл-ийн хэмжээт колбонд шилжүүлж, хэмжээсийн зураас хүртэл усаар шингэлээд сайтар холино. Полиэтилен саванд хадгална. Энэ стандарт уусмал нь миллилитр тутамд 1 мг калийн исэл, 1 мг натрийн исэл агуулна.

Дээрх стандарт уусмалаас 50 мл-ийг пипеткээр хэмжин авч 1000 мл-ийн хэмжээст сав руу хийж хэмжээс хүртэл усаар шингэлээд, сайтар холино. Уусмалыг полиэтилен саванд хадгална. Энэ стандарт уусмалд 1 мг/мл калийн исэл, 1 мг/мл натрийн исэл агуулагдана.

**4.20.2** Дөлийн фотометрийн аргын ажлын муруйг зурах

1 мг/мл калийн исэл болон натрийн ислийн стандарт уусмалаас 0.00 мл, 2.50 мл, 5.00 мл, 10.00 мл, 15.00 мл, 20.00 мл-ийг пипеткээр хэмжин авч 500 мл-ийн хэмжээст саванд тус тусад нь хийж хэмжээс хүртэл усаар шингэлээд сайтар холино. Уусмалыг полиэтилен саванд хадгална. Дөлийн фотометрийг (5.14) хамгийн сайн ажиллах байдалд тохируулан багажийг баталгаажуулах журмын дагуу засварлана. Харгалзах калийн исэл ба натрийн ислийн функцийг гальванометрийн заалтуудаар хэмжиж ажлын муруйг зурна.

**4.20.3** Атом шингээлтийн спектрометрийн аргын ажлын муруйг зурах

0.5 мг/мл калийн исэл болон натрийн ислийн стандарт уусмалаас 0.00 мл, 2.50 мл, 5.00 мл, 10.00 мл, 15.00 мл, 20.00 мл-ийг пипеткээр хэмжин авч 500 мл-ийн хэмжээст саванд тус тусад нь хийж хэмжээс хүртэл усаар шингэлээд сайтар холино. Уусмалыг полиэтилен саванд хадгална. Дөлийн фотометрийг (6.2.16) хамгийн сайн ажиллах байдалд, багажийг баталгаажуулах журмын дагуу тохируулна. Харгалзах хэмжээ бүхий калийн исэл ба натрийн ислийн функцийн шингээлтийг хэмжиж ажлын муруйг зурна.

* 1. Хроматын (хромын хүчлийн давс) стандарт уусмал

135°С -145°С хэмд 2 цагийн турш хатаасан дихромат калий (K2Cr2O7)-rхромат калийтурш х 0.1414 г –ыг жигнэн авч усанд уусгаад 1000 мл-ийн хэмжээст колбонд хийнэ, хэмжээс хүртэл усаар шингэлээд сайтар холино. Энэ уусмал дахь 6 валентат хромын концентраци нь 50 мг/мл байна. Дээрх стандарт уусмалаас 50 мл-ийг пипеткээр хэмжин авч 500 мл-ийн хэмжээст колбонд хийгээд хэмжээс хүртэл усаар шингэлж, сайтар холино. Энэ уусмал дахь 6 валентат хромын концентраци нь 5 мг/мл байна. Стандарт уусмал нэг сарын турш хүчинтэй байна.

* 1. Метилийн улаан индикаторын уусмал (2 г/л)
  2. г метилийн улааныг 100 мл этанолд уусгана (4.7).

4.23 Стандарт элс

GB/T17671-н шаардлагуудыг хангасан Хятадын ISO стандарт элс.

1. **Багаж, тоног төхөөрөмж**
   1. Жин

0.0001 г хүртэл нарийвчлалтай.

* 1. Жин

± 0,000 1 г хүртэл нарийвчлалтайгаар жигнэх чадвартай.

* 1. Цагаан алтан, мөнгөн, шаазан тигелүүд

Тагтай, багтаамж нь 15 мл ～ 30 мл.

* 1. Цагаан алтан аяга

Багтаамж нь 50 мл～100 мл.

* 1. Ууршуулалтын шаазан аяга

Багтаамж нь 150 мл～200 мл.

* 1. Өндөр температурын зуух

Тэсвэрлэх халаалтыг зуухны гадна муфелийн зууханд хийж гүйцэтгэнэ. Зуухны температурыг нарийн зөв хянахын тулд температур хянагчийг ашиглах хэрэгтэй.

* 1. Никель тигель

1. мл.
   1. Цемент зуурагч

JC /T 681-н шаардлагыг хангасан байх.

* 1. Фильтрийн цаас

Тоон фильтрийн цаас (шинжилгээний жингийн аргад хэрэглэх үед жинд үлэмж нөлөөлөхгүйгээр үнсжүүлж болдог фильтрийн цаас)

* 1. Спектрофотометр

Уусмалын шингээлтийг 400 нм ~ 700 нм-ийн мужид, 10 мм ба 20 мм хэмжээт кюветээр хэмжиж болно.

* 1. Шил сав суулга

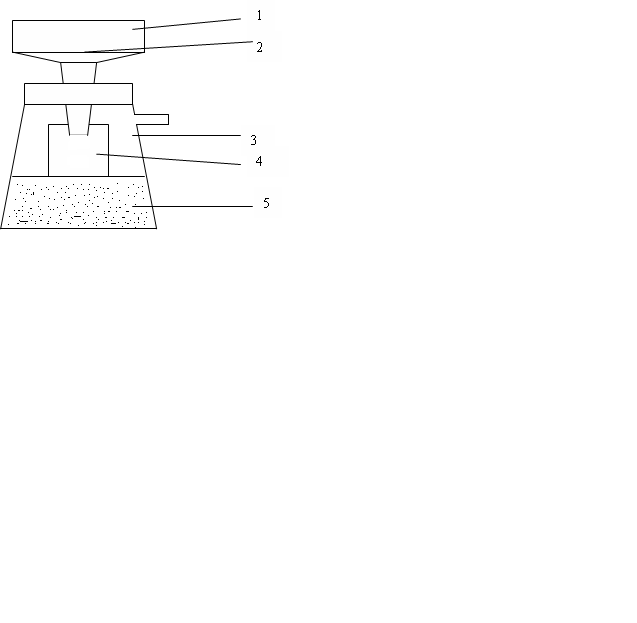
Шилэн сав, пипетка, бюретка, жин авах бюкс

* 1. pH

Нарийвчлал нь ±0.05pH.

* 1. Шүүлтүүрийн хэсэг

Шүүлтүүр нь 2 л-ийн шүүлтүүрийн колбо дээр суулгасан Бухнерийн юүлүүр (диаметр нь 150 мм-ээс их) болон саван дотор байрлах элсэн давхарга дээр тавьсан, шүүгдсээр дүүргэсэн жижиг шилэн аяганаас бүрдэх ба шүүлтүүрийн савыг вакуум насостой холбосон, 1-р зургийг хар.



1-Бухнерийн юүлүүр；

2-Фильтрийн цаас；

3-Шүүлтүүрийн сав；

4-шүүгдсээр дүүргэсэн жижиг шилэн стакан；

5-элс

**Зураг 1**

**Шүүлтүүрийн төхөөрөмжийн бүдүүвч зураг**

* 1. Дөлийн фотометр

Калийн спектрийн эрчмийг 768 нм долгионы урт дээр, натрийг 589 нм долгионы урт дээр тогтвортой хэмжиж болно.

* 1. Атом шингээлтийн спектрометр

Магний, калий, натрий, төмөр, марганцын элемент бүхий хөндий катодын ламп

**6 Дээж бэлтгэх**

* 1. Усны агууламжийг тодорхойлоход дээж бэлтгэх

Дээжүүд нь төлөөлөхүйц, нэгэн төрлийн байна. Дээж авалт GB/T 2007.1-н дагуу хийгдсэн байна. Дээжийг буталж, хольсны дараа 100 г орчим хүртэл багасгана. Дээжийг 2 хэсэгт хуваагаад нэгийг нь хяналтад, нөгөөгийг нь нөөц дээжинд битүүмжилж, хадгална.

* 1. Усанд уусдаг 6 валентат хромын дээж бэлтгэх

Лаборатори луу явуулж байгаа дээжүүд нь төлөөлөхүйц, нэгэн төрлийн байх хэрэгтэй. Дээжийг хуваагч арга хэрэгслээр, эсвэл дөрвөн цэгийн аргаар 1000 г орчим болтол багасгаад битүүмжилсэн, цэвэрхэн, хуурай саванд хадгална, сайтар холино.

* 1. Химийн шинжилгээнд дээж бэлтгэх

Химийн шинжилгээний дээжийг 80μm хэмжээт дөрвөлжин нүхтэй шигшүүрээр шигшээд, шигшүүрийн үлдэгдлээс металл төмрийг соронзонгоор татуулж зайлуулах хэрэгтэй, дараа нь бүрэн холиод дээжийн саванд хийнэ. 105 ° C～110 ° C хэмд дор хаяж 2 цагийн турш хатаагаад битүүмжилсэн, вакуум хатаагчид хийнэ.

1. **Усны агууламжийг тодорхойлох**
   1. Зарчим

Дээжнээс усыг салгаад 105°С～110°С хэмд усыг алга болтол хатааж жигнэнэ.

* 1. Дараалал

10 г (± 0.0001 г) орчим дээж (6.1)（m0）жигнэн авч тогтмол жинтэй, тагтай хатаах саванд（m1）хийж зууханд 105℃～110℃ хэмд 1 цаг хатаана (бюкс нээлттэй байна), гаргаж аваад амыг нь таглаад эксикаторт хийж тасалгааны хэм хүртэл хөргөөд жигнэнэ (m2). Дараа нь дээжээ зууханд мөн температурт 30 минут хатаана. Хатаах, хөргөх, жигнэх ажиллагааг тогтмол жинтэй болтол давтана.

* 1. Үр дүнг тооцоолох, илэрхийлэх

Дараах томъёогоор усны агууламжийг тооцоолно:

 （1）

Үүнд:

—— усны агууламжийн жингийн хувь, процентоор;

m0——хатаахаас өмнөх дээжийн жин, граммаар；

m1——хатаахаас өмнөх дээж болон бюксийн жин, граммаар；

m2——хатаасан дээж болон бюксийн жин, граммаар .

1. **Шатаалтын алдагдлыг тодорхойлох**
   1. Зарчим

Дээжинд агуулагдах усны агууламж, карбонат болон бусад дэгдэмхий бодисууд нь өндөр хэмийн шаталтаар задарч жин багасдаг, энэ жингийн алдагдлыг шатаалтын алдагдал гэнэ. Сульфидын исэлдэлтээс үүссэн шатаалтын алдагдлын алдааг залруулна.

* 1. Дараалал

Хоёр дээж（6.3)-ийг ± 0,0001 г нарийвчлалтайгаар жигнэн авч, нэгийг нь шууд SO3 –ыг туршихад ашиглана. Нөгөөг нь тогтмол жинтэй болтол шатаасан шаазан тигельд хийж таглаад муфелийн зуух (5.6)-нд (950±25)°С хэмд 20 минут тавина, аажмаар температурыг ихэсгэнэ. Тигелээ эксикаторт хийж тасалгааны хэм хүртэл хөргөөд жигнэнэ. Шатаасны дараа шааранд нь SO3-н агууламжийг туршина. Сульфид агуулсан шаар, шатаалтын өмнө ба дараа сульфатын агуулгыг тодорхойлох замаар шатаалтын алдагдлыг илүү нарийвчлалтай тодорхойлох боломжтой. Эдгээр шааранд хэрэглэж болох засварыг 3-р томъёонд өгөв.

* 1. Үр дүнг тооцоолох, илэрхийлэх
     1. Ажиглагдсан шатаалтын алдагдлыг доорх томъёогоор тооцоолж, процентоор илэрхийлнэ:

 （2）

Үүнд:

wLOI—— шатаалтын алдагдлын жингийн хувь, процентоор；

m3——сорьцын жин, граммаар；

m4—— сорьц ба тигелийн жин, граммаар；

m5——шатаасан сорьц ба тигелийн жин, граммаар.

* + 1. Шатаалтын алдагдлын залруулга

Залруулсан шатаалтын алдагдлыг доорх томъёогоор тооцоолж, процентоор илэрхийлнэ:

 （3）

Үүнд:

—— залруулсан шатаалтын алдагдлын жингийн хувь, процентоор；

——ажиглагдсан шатаалтын алдагдлын жингийн хувь, процентоор；

w前——шатаахаас өмнөх дээжинд байх SO3 –н жингийн хувь, процентоор；

w后——шатаасны дараа дээжинд байх SO3 –н жингийн хувь, процентоор；

0.8——S-2 нь SO42- руу исэлдсэн үед, хүчилтөрөгчийг SO3-т харьцуулсан моль жингийн харьцаа нь ихэссэн.

1. **Шүлт тодорхойлох——Дөлийн фотометрийн арга**
   1. Зарчим

Цахиурыг зайлуулахын тулд дээжийг хайлуурын хүчил, хүхрийн хүчлээр ууршуулна, үлдэгдлийг халуун усаар экстракцална. Төмөр, хөнгөн цагаан, кальци, магнийг аммиак болон карбонат аммонийгаар салгана. Шүүгдсэнд байх калий болон натрийг спектрофотометрийн багажаар хэмжинэ.

* 1. Дараалал

0.2 г орчим (± 0.0001 г) дээж（6.3）жигнэн (m6) цагаан алтан аяганд (эсвэл тефлон саванд) хийгээд дээжийг бага хэмжээний усаар зайлна. 5 мл～7 мл хайлуурын хүчил, 15 ~ 20 дусал хүхрийн хүчил (1+1) нэмнэ. Хольцыг татах шүүгээнд халуун плиткан дээр бага хэмд халаана, хатаж үсэрч цацагдахаас сэргийлж цагаан алтан аягыг сэгсэрнэ (зайлна?). Хайлуурын хүчил ууршин гарч дууссаны дараа температурыг аажмаар нэмж хүхрийн гуравч ислийн цагаан утаа гарч дуустал үргэлжлүүлэн халаана. Дараа нь плитканаас зайлуулж тасалгааны хэм хүртэл хөргөнө. 40 мл～50 мл халуун ус нэмээд резин толгойтой савхаар үлдэгдэл тунадсыг бутлан сарниаж хутгана. Метилийн улаан индикаторын уусмал (4.22) - аас 2 дуслыг нэмж аммиак (1 + 1)-аар шар өнгөтэй болтол саармагжуулна, дараа нь карбонат аммонийн уусмал (4.12) – аас 15 мл – ийг хийж хутгана. Цагаан алтан аягыг татах шүүгээнд халуун плиткан дээр тавьж буцлах хүртэл халаана, үргэлжлүүлэн 20 мин ~ 30 мин буцалгана. Хурдан шүүгддэг фильтрийн цаасаар шүүж, халуун усаар угаана, аягыг резин толгойтой савхаар цэвэрлэнэ. Шүүгдэс болон угаасан уусмалыг 100 мл – ийн хэмжээт колбонд хийгээд тасалгааны хэм хүртэл хөргөнө. Давсны хүчил (1+1)-ээр уусмалыг улаавтар болтол саармагжуулж, усаар хэмжээсийн зураас хүргээд сайтар холино, полиэтилен саванд хадгална. Дөлийн фотометрийг ашиглан, калибровкийн муруйг байгуулах дүрэм (4.20.2)-ийн дагуу уусмалыг тодорхойлно. Калийн исэл болон натрийн ислийн (m7) ба (m8) агуулгуудыг ажлын муруй дээр тодорхойлсон.

* 1. Үр дүнг тооцоолох, илэрхийлэх

Натрийн исэл болон калийн ислийн агуулгыг доорх томъёогоор тооцоолж процентоор илэрхийлнэ:

 (4)

 (5)

Үүнд

—— калийн ислийн жингийн хувь, процентоор;

——натрийн ислийн жингийн хувь, процентоор;

m6——дээжийн жин, граммаар;

m7—— хоосон шинжилгээний утгыг хассаны дараа хэмжсэн 100 мл уусмал дахь калийн ислийн жин, миллиграммаар；

m8—— хоосон шинжилгээний утгыг хассаны дараа хэмжсэн 100 мл уусмал дахь натрийн ислийн жин, миллиграммаар；

1. **Шүлт тодорхойлох——Атом шингээлтийн спектрофотометрийн арга (алтернатив арга)**
   1. Зарчим

Дээжийг хайлуур хүчил-перхлорын хүчлээр задлаад, хлорид стронцийгоор агаар-ацетилений дөлд цахиур, хөнгөн цагаан, титан гэх мэт саад нөлөөг зайлуулж, калийн исэл болон натрийн ислийн шингээлтийг 766.5 нм ба 589.0 нм-ийн долгионы уртад хэмжинэ.

* 1. Дээжийг хайлуур хүчил – перхлорын хүчлээр задлах

1. 0.1 г орчим (± 0.0001г) дээж（6.3）жигнэн авч (m8) цагаан алтан тигельд ( эсвэл цагаан алтан аяганд) хийгээд 0.5мл ～1мл ус нэмж дээжийг чийглэнэ. 5 мл～7 мл хайлуурын хүчил, 0.5 мл перхлорын хүчил нэмнэ. Татах шүүгээнд бага хэмийн плиткан дээр халаана, хатаж үсэрч цацагдахаас сэргийлж цагаан алтан тигелийг сэгсэрнэ (зайлна?). Цагаан утаа бүрэн гарч дууссаны дараа плитканаас зайлуулж хөргөнө. 20 мл хайлуурын хүчил (1+1) нэмж уусмалыг тунгалаг болтол халаана. Хөрсний дараа 250 мл-ийн хэмжээт колбонд хийж 5 мл хлорид стронцийн уусмал (4.19) нэмж хэмжээс хүртэл усаар шингэлээд сайтар холино. Энэ уусмалыг атом шингээлтийн спектрометрийн аргаар магнийн исэл, төмрийн исэл, калийн исэл, натрийн исэл, марганцын ислийг тодорхойлоход ашиглана.
2. 10.3 Дараалал

Уусмалаас тодорхой хэмжээний дээжийг соруулж аваад хэмжээст колбо руу хийнэ (дээж уусмалын эзлэхүүн болон хэмжээт колбоны эзлэхүүн нь калийн исэл болон натрийн ислийн хэмжээнээс хамаарна), давсны хүчил (1+1) болон хлорид стронцийн уусмал (4.19) нэмнэ. Шинжилгээний уусмал дахь давсны хүчлийн эзлэхүүний хувь нь 6% байсан ба стронцийгийн концентраци 1 мг/мл байна. Хэмжээс хүртэл усаар шингэлээд сайтар холино. Атом шингээлтийн спектрофотометр (5.15)-ийг ашиглан агаар-ацетилений дөлд уусмалын шингээлтийг 766.5 нм-ийн долгионы уртад калийн хөндий катодын лампаар, 589.0 нм-ийн долгионы уртад натрийн хөндий катодын лампаар хэмжинэ. Калийн исэл (c1) болон натрийн ислийн (c2) концентрацийг калибровкийн муруйгаас олж авна.

* 1. Үр дүнг тооцоолох, илэрхийлэх

Натрийн ислийн болонн тооцоолох, илэрхийлэх resultsrve.nce of the solution is measured at t

 6)

 (7)

Үүнд

—— калийн ислийн жингийн хувь, процентоор;

—— натрийн ислийн жингийн хувь, процентоор;

c1——хоосон шинжилгээний утгыг хассаны дараах тодорхойлох уусмал дахь калийн ислийн концентраци, миллилитр тутамд оногдох микрограммаар;

c2—— хоосон шинжилгээний утгыг хассаны дараах тодорхойлох уусмал дахь натрийн ислийн концентраци, миллилитр тутамд оногдох микрограммаар;

V1——уусмалын эзлэхүүн，миллилитрээр；

m9——дээжийн жин, граммаар;

n——нийт дээж уусмалыг, таслан авсан дээж уусмалд харьцуулсан эзлэхүүний харьцаа.

1. **Нийт хүхрийг тодорхойлох**
   1. Зарчим

Дээжийг шүлтээр хайлуулаад, дараа нь хүчлээр задална. Дээжин дэх хүхрийн бүх хэлбэр уусдаг сульфатад шилжинэ. Уусдаг сульфатыг хлорид барийн уусмалаар тунадасжуулна. Шүүж, шатаасны дараа жинг авна. Үр дүнг хүхрийн ангидридээр илэрхийлнэ.

* 1. Дараалал

Шаарнаас (slag) 0.2 г (±0.0001 г)-ыг никель тигель (5.7)-д жигнэн авч хийнэ. 4 г орчим гидроксид калий (калийн шүлт) нэмнэ. Тигелээ таглаад (томовтор зайтай таглах) жижиг цахилгаан зуухан дээр (500 ~ 600°С) 30 минут хайлуулна. Хайлшийг хөргөөд 300 мл-ийн полиэтилен стаканд халуун усаар уусгана, тигель болон тагийг давсны хүчил (1+1) ба халуун усаар угаана. 20 мл давсны хүчил (1+1) нэмээд уусмалыг буцлах цэг хүртэл халааж хайлмал бодисыг бүрэн задална. Хурдан шүүгддэг фильтрийн цаасаар шүүгээд халуун усаар 7~8 удаа угаана, шүүгдсийг 400 мл-ийн стаканд цуглуулна. Уусмал руу 1~2 дусал индикаторын уусмал (4.22) нэмээд аммиак (1+1)-ийг уусмал шар өнгөтэй болтол нэмнэ, дараа нь уусмалыг улаан өнгөтэй болтол давсны хүчил (1+1) нэмнэ. Дараа нь 10 мл давсны хүчил (1+1) нэмж, уусмалын эзлэхүүнийг 250мл орчим болтол тохируулна. Буцлах хүртэл халаагаад зөөлөн буцалгана, 15 мл хлорид барийн уусмал (4.13) нэмэхдээ байнга хутгана. Үргэлжлүүлэн хэдэн минут буцалгана. 4 цагийн турш, эсвэл шөнийн турш дулаан (бүлээн) байлгана.

Удаан шүүгддэг тоон фильтрийн цаасаар шүүж, хлорын ионыг арилтал бүлээн усаар угаана, хлорын ионыг нитрат мөнгө (4.14)-өөр шалгана. Тунадас бүхий фильтрийн цаасыг тогтмол жинтэй шаазан тигельд (m11) шилжүүлж үнсжүүлээд, дараа нь 30 минутын турш 800°С～950°С хэмд шатаана. Тасалгааны хэм хүртэл хөргөөд жигнэнэ (m12). Шатаалтыг тогтмол жинтэй болтол давтана.

* 1. Үр дүнг тооцоолох, илэрхийлэх

Нийт хүхрийг (хүхрийн ангидридээр илэрхийлнэ) доорх томъёогоор тооцоолж, процентоор илэрхийлнэ:

 （8）

Үүнд

——нийт хүхрийн (хүхрийн ангидридээр илэрхийлнэ) жингийн хувь, процентоор；

m10——сорьцын жин, граммаар;

m11——тигелийн жин, граммаар;

m12——тунадас ба тигелийн жин, граммаар；

0.343——сульфат барийг хүхрийн гуравч исэл рүү хөрвүүлэх коэффициент.

1. **Хүхрийн гуравч ислийг тодорхойлох**
   1. Зарчим

Дээжийг хүчлээр задлаад, дээжин дэх уусдаг сульфатыг уусгана. Уусдаг сульфатыг хлорид барийн уусмалаар тунадасжуулна, шүүж, шатаасны дараа сульфат барийг жигнэнэ. Үр дүнг хүхрийн гуравч исэл байдалд хэмжинэ.

* 1. Дараалал

Шаарнаас 0.5 г (± 0.0001 г) жигнэн авч (m13) 150 мл-ийн стаканд хийнэ, бага хэмжээний ус нэмж чийглэнэ, 10 мл давсны хүчил (1+1) нэмнэ. Уусмалыг халааж 3-5 минут буцалгана, хайлмал бодисыг бүрэн задална. Хурдан шүүгддэг фильтрийн цаасаар шүүж, 7～8 удаа халуун усаар угаана. Шүүгдэс болон угаасан уусмалыг 400 мл-ийн стаканд цуглуулсан. Уусмалын эзлэхүүнийг 250 мл орчим болгож тохируулсан (was adjusted). Уусмалыг буцлах хүртэл халаагаад 15 мл хлорид барийн уусмалыг дусал дуслаар нэмж хутгасан, үргэлжлүүлэн хэдэн минут буцалгасан. Дараа нь шилжүүлэн 4-өөс илүү цагаар дулаан байлгасан, эсвэл 12～24 цагаар байлгасан.

Удаан шүүгддэг тоон фильтрийн цаасаар шүүж, нитрат мөнгөний уусмалаар шалгахад хлорын урвал алга болтол бүлээн усаар угаана, тунадастай фильтрийн цаасыг аль хэдийн тогтмол жинтэй (m14) болтол халаасан шаазан тигельд хийнэ. Үнсжүүлсний дараа 800°С～950°С хэмд өндөр температурын зууханд 30 минут шатаана. Тигелийг авч эксикаторт хийгээд тасалгааны хэм хүртэл хөргөөд жигнэнэ (m15). Тогтмол жинтэй болтол шатаалтыг давтана.

* 1. Үр дүнг тооцоолох, илэрхийлэх

Хүхрийн ангидридийг доорх томъёогоор тооцоолж процентоор илэрхийлнэ:

 （9）

Үүнд

——хүхрийн ангидридын жингийн хувь, процентоор；

m13——сорьцын жин, граммаар;

m14——тигелийн жин, граммаар;

m15——тунадас ба тигелийн жин, граммаар；

0.343—— сульфат барийг хүхрийн гуравч исэл рүү хөрвүүлэх коэффициент.

1. **Усанд уусдаг 6 валентат хромыг тодорхойлох**
   1. Зарчим

Шаар, стандарт элс, усыг зуурмаг болтол холино, дараа нь шүүнэ. Шүүгдэс рүү дифенилкарбазид нэмээд уусмалын шингээлтийг 540 нм-т хэмжинэ. Усанд уусдаг 6 валентат хромын жинг калибровкийн муруйгаас олж авна.

* 1. Дараалал
     1. Зуурмаг бэлтгэх
        1. Зуурмагийн найрлага

Цемент элсний харьцаа 1:3, ус цементийн харьцаа 0.50.

Зуурмаг бүр （450±2）г шаар（6.2), （1350±5）г элс,（225±1）мл ус（V1)- уснаас бүрдэнэ.

**13.2.1.2** Зуурмагийг холих

(± 1 г) шаар дээж (6.2) жигнэж аваад эзлэхүүн рүү ус нэмэхдээ 1 мл-ийн нарийвчлалтай хийнэ. Цемент зуурагч (5.8)-ийн автомат хяналтын программын дагуу хутгана. (Автомат программ нь: Бага хурдаар 30 сек холино, 2 дахь 30 секундын эхээр стандарт элс нэмнэ, өндөр хурдаар 30 сек холино, 90 секунд холиод зогсоно. Эхний 30 секундын туршид савны хана, ёроолд наалдаад байгаа зуурмагийг резинэн юмуу полиэтилен хусуураар хусаж савны голд тавина. Үргэлжлүүлэн өндөр хурдаар 60 сек холино)

Анхаар: Хольж хутгах ажиллагааг ихэвчлэн автомат төхөөрөмжөөр гүйцэтгэдэг ба ажиллагаа болон цагийг гар аргаар хянахыг бас зөвшөөрдөг.

* + 1. Шүүх

Шүүх тоног төхөөрөмж (5.13) (шүүх колбо, Бухнерийн юүлүүр, стаканы дунд зэргийн ба бага шүүдэг шүүлтүүр) нь хэрэглэхийн өмнө байнга хуурай байхыг ханга.

Бухнерийн юүлүүрийг суулгаад, дунд шүүлтүүрийг (5.9) тавина, дунд зэргийн шүүлтүүрийг битгий урьдчилан чийглэ.15 мл шүүгдсийн вакуумыг хэрэглэ.

Хэрэв шүүгдэс нь булингартай байвал дахин шүүж, эсвэл центрифуг ялгагчаар салгаж болно. Хэрэв шүүгдэс нь хэсэгчлэн бүүдгэр байвал шүүгдсийг стандарт уусмал болгон ашиглавал зохино, гэвч дифенилкарбазид нэмэхгүй.

* 1. Каливровкийн муруйг байгуулах

Стандарт уусмал (4.21)-аас 1.00 мл, 2.00мл, 5.00мл, 10.00мл, 15.00мл-ийг хэмжин авч 50 мл-ийн хэмжээт колбууд руу тус тусад нь хийнэ. 5 мл индикаторын уусмал (4.18), 5 мл давсны хүчил нэмнэ. Хэмжээс хүртэл усаар шингэлнэ. Калибровкийн уусмалуудад нэг литрт оногдох 0.1 мг, 0.2 мг, 0.5 мг, 1.0 мг, 1.5 мг Cr (VI) тус тус агуулагдана. Индикаторын уусмал нэмснээс хойш 15-аас 30 минутанд 540 нм-т хоосон дээжтэй (3.3) харьцуулан шингээлтийг хэмжинэ. Калибровкийн муруйг хромын (VI) концентрацитай харьцуулан хэмжсэн шингээлтийн утгыг зурах замаар байгуулна.

* 1. Дээж уусмалын шингээлтийг тодорхойлох

Шүүснээс хойш 8 цагийн дотор шүүгдсээс (13.2.2) 5.00 мл (V2)-ийг пипеткээр хэмжин авч 100 мл-ийн стаканд хийнэ. 20 мл ус, 5.00 мл индикаторын уусмал (4.18) нэмж сэгсрээд pH (5.12)-ыг 2.1-2.5-ын хооронд байхаар давсны хүчил нэмж тохируулна. 50 мл-ийн (V3) хэмжээт колбо руу шилжүүлнэ. Хэмжээс хүртэл усаар шингэлээд колбоо сэгсэрнэ. Индикаторын уусмал нэмснээс хойш 15-аас 30 минутанд 540 нм-т хоосон дээжтэй (3.3) харьцуулан уусмалын шингээлтийг хэмжинэ.

Усанд уусдаг 6 валентат хромын концентрацийг ажлын муруй дээр（c2）мг/л-ээр олно.

* 1. Үр дүнг тооцоолох, илэрхийлэх

Усанд уусдаг 6 валентат хромын агууламжийг доорх томъёогоор тооцоолно:

 (10)

Үүнд

——шаар дахь 6 валентат хромын агууламж,%；

c2——калибровкийн муруйгаас авсан 6 валентат хромын концентраци, мг/л；

V4——уусгагч бодисын эзлэхүүн, мл；

V2——шинжилгээнд хэрэглэсэн шүүгдсийн эзлэхүүн, мл；

V3——хэмжээт колбоны эзлэхүүн, мл；

450——угааж гаргасан шаарны жин, грамм;

V3/V2——сорилтын шүүгдсийг шингэлэхэд ашиглах шингэлэлтийн коэффициент；

V4/450——зуурмаг бэлтгэхэд хэрэглэх усыг шаарт харьцуулсан харьцаа, ердийн нь 0.50.

1. **Цахиур, төмрийн исэл, хөнгөнцагааны исэл, кальцийн исэл, магнийн исэл, марганцын нэгч исэл, титаны хоёрч исэл, сульфид, фторын ион, хлоридын хэмжилтийг GB / T176-н дагуу хийж гүйцэтгэнэ.**
2. **Таарцын хязгаар ба тохирцын хязгаар**

Энэхүү стандартад заасан таарц, тохирцын хязгаар нь жингийн хувиар (%) илэрхийлэгдсэн үнэмлэхүй хазайлт (зөрүү?) юм.

Таарцын нөхцөлд нэг ижил дээжийг энэхүү стандартад заасан аргаар шинжлэхэд хоёр шинжилгээний үр дүнгүүдийн хоорондох ялгаа нь таарцын хязгаарт байх ёстой (Хүснэгт 1). Хэрэв таарцын хязгаар нь хэтэрсэн байвал гуравдахь тодорхойлолтыг богино хугацаанд хийж гүйцэтгэх хэрэгтэй, таарцын хязгаарт байх хамгийн ойр хоёр үр дүнгүүдийн дунджийг авна. Эсрэг тохиолдолд шалтгааныг олж, дээрх нөхцлийн дагуу туршилтыг давтана.

Тохирцын нөхцөлд энэхүү стандартад заасан аргыг нэг ижил дээжийн шинжилгээнд хэрэглэдэг, олж авсан үр дүнгүүдийн дундаж утгуудын хоорондын зөрүү нь заагдсан тохирцын хязгаарт байх хэрэгтэй (Хүснэгт 1).

**Хүснэгт 1 Химийн шинжилгээний арга**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Бүрэлдэхүүн хэсгүүд | Шинжилгээний арга | Агуулгын хязгаар (%) | Таарцын хязгаар (%) | Тохирцын хязгаар (%) |
| Шатаалтын алдагдал | Шатаалтын ялгааг хасах |  | 0.15 | 0.25 |
| Хүхрийн гуравч исэл | Сульфат барийгийн гравиметрийн арга |  | 0.15 | 0.20 |
| Калийн исэл | Дөлийн фотометрийн арга |  | 0.10 | 0.15 |
| Натрийн исэл | Дөлийн фотометрийн арга |  | 0.10 | 0.10 |
| Нийт хүхэр | Сульфат барийгийн гравиметрийн арга |  | 0.15 | 0.20 |
| Усны агууламж | Хатаалтыг хасах арга |  | 0.15 | 0.25 |
| Усанд уусдаг хром (VI) | Спектрофото-  метрийн арга |  | 0.0050 | 0.0080 |
| Титаны хоёрч исэл | Диантипирил-  метаны спектрофото-  метрийн арга |  | 0.05 | 0.10 |
| Сульфид | Иодометрийн арга |  | 0.10 | 0.15 |
| Фторын ион | Ионы сонгомол электродын арга |  | 0.05 | 0.10 |
| Хлор | Тиоцианат аммонийн эзлэхүүний арга | ≤0.10% | 0.003 | 0.005 |
| ＞0.10% | 0.010 | 0.015 |
| Цахиур | Хлорид аммонийн жингийн арга |  | 0.15 | 0.20 |
| Төмрийн исэл | ЭДТА (этилендиамин-  тетра ацетат)-ийн шууд титрлэлт |  | 0.15 | 0.20 |
| Хөнгөнцагааны исэл | ЭДТА-ийн шууд титрлэлт |  | 0.20 | 0.30 |
| Кальцийн исэл | ЭДТА-ийн шууд титрлэлт |  | 0.25 | 0.40 |
| Магнийн исэл | Атом шингээлтийн спектрометрийн арга |  | 0.15 | 0.25 |
| Марганцын исэл | Спектрофото-  метрийн арга |  | 0.05 | 0.10 |
| Цахиур | Фтортсиликатын калийн эзлэхүүний арга |  | 0.20 | 0.30 |
| Төмрийн исэл | Спектрофото-  метрийн арга |  | 0.15 | 0.20 |
| Төмрийн исэл | Атом шингээлтийн спектрометрийн арга |  | 0.15 | 0.20 |
| Хөнгөнцагааны исэл | Сульфат зэсийн буцах титрлэлт |  | 0.20 | 0.30 |
| Кальцийн исэл | ЭДТА-ийн титрлэлт |  | 0.25 | 0.40 |
| Кальцийн исэл | Перманганат калийн титрлэлт |  | 0.25 | 0.40 |
| Марганцын исэл | Атом шингээлтийн спектрометрийн арга |  | 0.05 | 0.10 |
| Калийн исэл | Атом шингээлтийн спектрометрийн арга |  | 0.10 | 0.10 |
| Натрийн исэл | Атом шингээлтийн спектрометрийн арга |  | 0.10 | 0.10 |
| Магнийн исэл | ЭДТА-ийн титрлэлт хасах арга | ≤2% | 0.15 | 0.25 |
| ＞2% | 0.20 | 0.30 |
| Хлорид | Фосфатын нэрэх–Мөнгөн усны давсны титрийн арга | ≤hosph | 0.003 | 0.005 |
| ＞0.10% | 0.010 | 0.015 |

**ТӨГСӨВ**