

ENSV RAHVAMAJANDUSE NÕUKOGU
Energeetika Valitsus «Eesti Energia»

VEE JA KATLAKIVI
ANALÜÜS
TRILONOMEETRILISEL
MENETLUSEL

ENSV RMN TEHNILISE INFORMATSIOONI BÜROO
TALLINN 1961

24050
ENSV RAHVAMAJANDUSE NÕUKOGU
Energeetika Valitsus «Eesti Energia»

VEE JA KATLAKIVI
ANALÜÜS
TRILONOMEETRILISEL
MENETLUSEL

Koostanud
V. RAUSBERG

ENSV RMN TEHNILISE INFORMATSIOONI BÜROO
TALLINN 1961

2

Tartu Riikliku Ülikooli
Raamatukogu
52869

ARHIIVKOGU

1. SISSEJUHATUS

Vastavalt NSVL Ministrite Nõukogu juures asuva Standarde Valitsuse otsusele 18. dets. 1951. a. (GOST 6055-51) kasutatakse vee kareduse mõõtmiseks uut ühikut — milligrammekvivalenti ehk millivaali liitri kohta (mgkv/l e. mvaal/l) suure karedusega vee jaoks ja mikrogrammekvivalenti ehk mikrovaali liitri kohta (μ gkv/l e. μ vaal/l) väikese karedusega vee jaoks.

Vee kareduseks nimetatakse vees leiduvate kaltsiumi- ja magneesiumiioonide summaarset sisaldust väljendatud milli- või mikrovaalides liitri kohta.

Karedusele üks millivaal vastab Ca-iooni sisaldus 20,04 mg/l ehk Mg-iooni sisaldus 12,16 mg/l.

Võrreldes uut kareduse ühikut endise ühikuga on vahekord järgmine:

$$1^{\circ}\text{S} = 0,35663 \text{ mvaal/l}$$

ehk

$$1 \text{ mvaal/l} = 2,804^{\circ}\text{S},$$

$$1 \text{ mvaal/l} = 1000 \mu\text{vaal/l}.$$

Viimase kümne aasta perioodilises kirjanduses on väga sageli avaldatud töid, mis puudutavad mitmesuguste orgaaniliste ainete ja metallide kationide vaheliste kompleksühendite tekkimise tingimusi.

Orgaanilistest ainetest on kõige enam kasutamist leidnud triloon B. Triloon B-d kasutati alguses veepehmedajana värvilises fotograafias ja värvitööstuses ning alates 1946. aastast reaktiivina vee kareduse määramisel.

Paralleelselt vee kareduse määramisega kasutatakse triloon B-d ka teiste kationide analüüsiks.

Üleliidulise Soojustehnilise Instituudi (BTI) poolt välja töötatud triloon B kasutamisele põhinevat vee kareduse määramise menetlust nimetatakse kompleksomeetriliseks ehk trilonomeetriliseks menetluseks.

2. TEOREETILISED ALUSED

Triloon B on valge kristalne aine — etüleendiamiinotetraäädikhappe naatriumsool kahe molekuli kristallveega, molekulaaluga 372 ja ekvivalentkaaluga 186:

Ca⁺⁺ ja Zn⁺⁺ määratakse koos Mg⁺⁺-ga. Cu⁺⁺ moodustab ühesuguse tugevusega kompleksi indikaatori ja trilooniga, seepärast ei ole võimalik tiitrimisel ekvivalentpunkti näha. Mn⁺⁺ hapendub leeliselises keskkonnas kiiresti ning kutsub esile indikaatori värvituks muutumise. Et seda vältida, tuleb Mn⁺⁺ hoida kahevalentsena. Selleks viiakse lahusesse taandajat, näit. soolhappelist hüdroksüülamiini lahust. Selle juures määratakse Mn⁺⁺ koos magneesiumiga. Zn⁺⁺ ja Cu⁺⁺ segav mõju kõrvaldatakse Na₂S lisamisega.

Kaltsium

Ca⁺⁺ on võimalik tiitrida kroomtumesinise ja mureksiidi juuresolekul, ET-00 selleks ei sobi.

Minimaalne määratav Ca⁺⁺ sisaldus kroomtumesinisega on 7 µvaal/l, mureksiidiga 30 µvaal/l.

Kroomtumesinisega saadakse selline tundlikkus pH = 9...10 juures (ammoniaakpuhverlahus) ja mureksiidi puhul pH = 12...13 juures (2n NaOH lisamisel).

Määramist segavad kroomtumesinise kasutamisel Mg⁺⁺, Zn⁺⁺, Cu⁺⁺, Al⁺⁺⁺, Fe⁺⁺⁺, Mn⁺⁺; mureksiidi kasutamisel Zn⁺⁺, Cu⁺⁺, Fe⁺⁺⁺, Al⁺⁺⁺.

Tsink.

Zn⁺⁺ võib tiitrida trilooniga nii kroomindikaatorite kui mureksiidi juuresolekul. Väikseim määratav Zn⁺⁺ kontsentratsioon 4 tilga kroomindikaatori juuresolekul on 0,8 µvaal/l. Lahuse pH peab selle juures olema 9...10 (ammoniaakpuhverlahus).

Määramist segavad Ca⁺⁺, Mg⁺⁺, Cu⁺⁺, Mn⁺⁺, Fe⁺⁺⁺, Al⁺⁺⁺. Mn⁺⁺, Mg⁺⁺ ja Ca⁺⁺ tiitritakse koos tsingiga. Cu⁺⁺ segav mõju kõrvaldatakse tema sidumisega kompleksi dietüülditiokarbamaadiga.

Raud

Kolmeväärne raud annab triloon B-ga pH = 1,5...4 juures püsiva kompleksi. Cu⁺⁺ segab määramist alates kontsentratsioonist 0,5 mg ja Zn⁺⁺ alates 6 mg tiitritavas proovis.

Kui rauasisaldus lahuses on alla 10 mg/l, siis kasutatakse indikaatorina ammooniumrodaniidi, Fe⁺⁺⁺ > 10 mg/l puhul sulfosalitsüülhapet. Kuna reaktsiooni kiirus triloon B ja Fe⁺⁺⁺ vahel on väike, tuleb lahust soojendada 60...70°C. pH = 4...6 juures reaktsiooni kiirus kasvab ja tiitrida võib toatemperatuuril. Rauasoolade hüdrolüüsi vältimiseks nimetatud pH puhul on raua määramisel lubatud kasutada ainult triloon B tagasitiitrimise menetlust sulfosalitsüülhappe juuresolekul.

Väikseim rauasisaldus, mille juures saab kasutada trilonomeetrist määramist, on 0,05 mg/l ja suurim 1000 mg/l.

Alumiinium

Alumiinium reageerib foatemperatuuril triloon B-ga aeglaselt väga suures pH intervallis (1,5...12,0).

Al^{+++} võib määrata hematoksiliini ja stilbaso juuresolekul, millel on $pH = 4$ juures indikaatori omadused. Nendel tingimustel alluvad alumiiniumisoola lahused hüdrolüüsile ja reageerivad triloon B-ga väga aeglaselt. Seepärast tuleb alumiiniumi trilonomeetriliseks määramiseks kasutada triloon B tagasitiitrimise menetlust, viies alumiiniumisoolade hapudesse lahustesse ($pH = 1...2$) või aluminaatidesse ($pH = 12$) triloon B-d liiaga. Pärast lahuse kuumutamist keemiseni, neutraliseerimist ja puhverlahuse ($pH = 6$) lisamist tiitritakse lahusesse jäänud triloon B liig tagasi alumiiniumisoola standardlahusega.

Kui lahuses on samaaegselt Al^{+++} ja Fe^{+++} , siis võib mõlemat katiooni määrata ühe ja sama indikaatoriga — sulfosalitsüülhappega. Fe^{+++} määratakse $pH = 1,0...1,5$ juures, siis lisatakse lahusele triloon B liig, soojendatakse ja tiitritakse tagasi kolmeväärse raua standardlahusega.

Trilonomeetrilisel menetlusel määratav minimaalne Al^{+++} kontsentratsioon on 1 mg/l, maksimaalne 500 mg/l. Kuna määramist segavad Ca^{++} , Mg^{++} , Cu^{++} , Zn^{++} ja Mn^{++} , siis eraldatakse Al^{+++} lahusest eelnevalt hüdroksüüdina.

Vask

Vask moodustab triloon B ja mureksiidiga komplekse suures pH intervallis.

Kui Cu^{++} sisaldus lahuses on väike, siis peab lisatav mureksiidi hulk olema ka väike, kuna vastasel korral on indikaatori üleminek ekvivalentpunktis ebaterav.

Võimalik määratav maksimaalne Cu^{++} kontsentratsioon uuritavas proovis on $pH = 7,5$ puhul 70 mg ja $pH = 5,0$ puhul 50 mg.

3. LOODUSLIKU VEE ANALÜÜS

Trilonomeetrilisel menetlusel on võimalik määrata vee üld-, kaltsiaal- ja magnesiaalkaredust, samuti sulfaatiooni ja rauasisaldust. Üksikute kationide segavast mõjust kaltsiumi ja magneesiumi määramisel oli juttu eespool.

Anioonid HCO_3' , Cl' ja SO_4'' ei sega ega avalda mõju kareduse trilonomeetrilise määramise tulemusele.

Lahuses sisalduv HCO_3' muutub pärast puhverlahuse lisamist CO_3'' . $CaCO_3$ sisaldava lahuse tiitrimisel triloon B-ga muudab lahuse ekvivalentpunktis, s.t. pärast kõikide vabade Ca- ja Mg-ioonide sidumist, oma värvi. Et aga lahuses olev kaltsiumtrilonaat on püsivam kui magneesiumtrilonaat ja $CaCO_3$, siis algab pärast tiitrimise lõppemist magneesiumtrilonaadi ja $CaCO_3$.

vaheline reaktsioon, mille tagajärjel vabaneb Mg^{++} , ning lahus muudab uuesti oma värvi. Sellepärast tuleb tiitrimist jätkata. Kuna nimetatud reaktsioon on aeglane, siis kestab tiitrimine mitu tundi, ehkki lõppresultaat saadakse õige.

Seega tuleb suure HCO_3' sisaldusega vett tiitrida kohe pärast proovi võtmist. Kui analüüsi ei saa kohe teha, siis tuleb hiljem proovi $CaCO_3$ lahustamiseks soolhappega hapustada ja soojendada.

a) Analüüsi meetodika.

Koonilisse kolbi mahuga 250...300 ml mõõdetakse pipetiga selline kogus analüüsitavat vett, et Ca^{++} ja Mg^{++} summaarne sisaldus võetud proovis ei ületaks 0,5 mvaali. Kui mõõdetava vee kogus on väiksem kui 100 ml, siis suurendatakse proovi mahtu destilleeritud veega kuni 100 ml-ni.

Vee karedus		Analüüsiks võetava vee hulk ml	Märkusi
mvaal/l	°S		
0... 5,0	0... 14,0	100	1) Kui vee karedus on suurem kui 10 mvaali/l, siis on soovitatav tiitrimiseks kasutada 0,1 n triloon B-d. 2) Kui vee karedus on 0,5...10,0 mvaal/l, siis on soovitatav tiitrimiseks kasutada 0,05 n triloon B-d. 3) Kui vee karedus on alla 0,5 mvaal/l, tuleb tiitrimiseks kasutada 0,01 n triloon B-d.
5,0... 10,0	14,0... 30,0	50	
10,0... 20,0	30,0... 56,0	25	
20,0... 50,0	56,0... 140,0	10	

b) Kareduse määramine vees, mis ei sisalda Zn^{++} , Cu^{++} , Mn^{++} ja Fe^{+++} .

Analüüsiks mõõdetud proovile lisatakse 5 ml ammoniaak-puhverlahust, 7...8 tilka ühte kroomindikaatoritest ja tiitritakse aeglaselt kogu aeg intensiivselt segades 0,1 n triloon B lahusega.

Märkus. Kui analüüsitava vesi sisaldab õli, siis võib analüüsil kasutada indikaatorina ainult kroomtumesinist, kuna ET-00 muutub sellises vees värvituks.

Analüüsitava vee karedus millivaalides liitri kohta arvutatakse järgmise valemiga:

$$K = 1000 \frac{a k n}{V} \text{ mvaal/l,}$$

kus a — tiitrimiseks kulunud 0,1 n triloon B lahuse hulk ml,
 k — 0,1 n triloon B lahuse paranduskoefitsient,
 n — triloon B lahuse normaalsus,
 V — analüüsiks võetud vee hulk ml.

Raua- ja alumiiniumisisaldus proovis ei tohi olla vastavalt üle 1 ja 2 mg.

Näide. Analüüsiks võeti 50 ml vett; 0,1 n triloon B lahuse kulu oli 2,43 ml, lahuse $k = 0,9806$.

$$K = 1000 \frac{2,43 \cdot 0,9806 \cdot 0,1}{50} = 4,76 \text{ mvaal/l.}$$

c) Mn^{++} sisaldava vee kareduse määramine.

Kui analüüsitav vesi sisaldab Mn^{++} , siis muutub vee värvus pärast puhverlahuse ja indikaatori lisamist kiiresti halliks ning proovi ei ole võimalik tiitrida. Sel juhul lisatakse proovile 1...5 ml 1% -list soolhappelist hüdroksüülamiini lahust, siis puhverlahust, indikaatorit ning tiitritakse 0,1 n triloon B lahusega.

Nii määratud karedus on Ca-, Mg- ja Mn-ioonide summa. Kuna Mn^{++} sisaldus looduslikes vetes on väike, loetakse viga, mis tekib Mn^{++} kaasatiitrimisest, tähtsusetuks.

d) Cu^{++} ja Zn^{++} sisaldava vee kareduse määramine.

Kui analüüsitav vesi sisaldab Cu^{++} , siis ei ole lahuse tiitrimisel värvuse muutust üleminekupunktis märgata. Zn^{++} suurendab vee karedust ekvivalentset tema sisaldusega.

Zn^{++} ja Cu^{++} mõju kõrvaldamiseks lisatakse analüüsitavale veele 1 ml 2...5 %-st Na_2S lahust; tekkivad sulfiidid on vähe lahustuvad ega sega kareduse määramist triloon B-ga.

Edasi on analüüsi käik analoogiline punktis b) toodud analüüsi käigule.

e) Kaltsiaal- ja magnesiaalkareduse määramine.

1) Analüüsiks võetud veele (100 ml) lisatakse 5 ml 2 n NaOH; 5...6 tilka mureksiidi (või kroomtumesinist) ja tiitritakse aeglaselt intensiivselt segades triloon B lahusega.

Määramine viiakse läbi paralleelselt kahes proovis, kusjuures esimene proov tiitritakse üle pärast lahuse kulu lugemist ekvivalentpunktis ja kasutatakse teise proovi etaloonina.

Kaltsiumisisaldus lahuses arvutatakse valemi järgi:

$$Ca^{++} = 1000 \frac{nka}{V} \text{ mvaal/l,}$$

kus n — triloon B lahuse normaalsus,

- k — triloon B lahuse paranduskoefitsient,
 a — tiitrimiseks kulunud triloon B lahuse hulk ml,
 V — analüüsiks võetud vee hulk ml.

2) Analüüsiks võetud veele lisatakse 1 ml ammoniaakpuhverlahust (2) ja 7...10 ml ammooniumoksalaadi lahust.

Tekkinud sade filtritakse ja pestakse destilleeritud veega. Filtraat ühendatakse pesuveega, lisatakse 5 ml ammoniaakpuhverlahust (1), ühte indikaatoritest ja tiitritakse triloon B lahusega.

Magnesiaalkaredus arvutatakse valemiga:

$$K = 1000 \frac{nka}{V} \text{ mvaal/l.}$$

f) Rauasisalduse määramine.

Raud võib analüüsitavas vees esineda kahe- ja kolmeväärseena.

Rauaiooni määramisel triloon B-ga peab kogu vees sisalduv raud olema hapendatud kolmeväärseks.

Kui analüüsitavas vees $\text{Fe}^{+++} < 10 \text{ mg/l}$, siis kasutatakse indikaatorina NH_4CNS või KCNS ; kui $\text{Fe}^{+++} > 10 \text{ mg/l}$, siis sulfosalitsüülhapet.

Fe^{+++} sisalduse määramise alumiseks piiriks on 0,05 mg/l ja ülemiseks 1000 mg/l. Kui $\text{Fe}^{+++} < 1 \text{ mg/l}$, siis kasutatakse tiitrimiseks 0,005 n triloon B lahust. Kui Fe^{+++} sisaldus on 1...30 mg/l, siis kasutatakse tiitrimiseks 0,01 n triloon B lahust. Kui Fe^{+++} sisaldus lahuses on 30...200 mg/l, siis 0,05 n triloon B-d ja kui $\text{Fe}^{+++} > 200 \text{ mg/l}$, siis 0,1 n triloon B-d.

Analüüsiks mõõdetakse kahte kolbi 100 ml uuritavat vett, lisatakse 5 ml 0,1 n HCl, mõni kristall ammooniumpersulfaati (Fe^{++} oksüdeerimiseks Fe^{+++} -ks) ja soojendatakse 60...70°C-ni. Siis lisatakse lahusele 5 ml NH_4CNS ja tiitritakse triloon B-ga kuni ammooniumrodaniidi roosa värvuse kadumiseni. Pärast tiitrimise lõppemist loetakse resultaati ja lisatakse lahusele veel 3...4 tilka triloon B-d. Lahuse värvus ei tohi selle juures muududa. See ületitiititud proov on võrdluseks paralleelproovile, mis kindlustab analüüsil õige tulemuse.

Rauasisaldus lahuses arvutatakse valemitega:

$$\text{Fe}^{+++} = 279,3 nka \approx 280 nka \text{ mg/l ja}$$

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = 399,3 nka \approx 400 nka \text{ mg/l,}$$

- kus n — triloon B lahuse normaalsus,
 k — triloon B lahuse paranduskoefitsient,
 a — triloon B lahuse kulu tiitrimisel ml.

Juhul, kui analüüsitava vesi sisaldab rauda 0,05...1,0 mg/l, siis kasutatakse viimase määramiseks triloon B tagasitiitrimise menetlust rauasoola standardlahusega.

Kahte kolbi mõõdetakse 100 ml analüüsivat vett, lisatakse 5 ml 1 n HCl, mõni kristall ammooniumpersulfaati, 1 ml 0,01 n triloon B-d ja soojendatakse 60...70°C-ni. Siis lisatakse 5 ml NH₄CNS ja tiitritakse 0,001 m rauasoola lahusega kuni lahuse värvuse muutumiseni roosaks.

Rauasisaldus lahuses arvutatakse valemitega:

$$\text{Fe}^{+++} = 280 (0,01 k_1 - 2a \cdot 0,001 k_2) \text{ mg/l ja}$$

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = 400 (0,01 k_1 - 2a \cdot 0,001 k_2) \text{ mg/l,}$$

kus k_1 ja k_2 — 0,01 n triloon B ja 0,001 m rauasoola lahuse paranduskoefitsiendid,

a — rauasoola lahuse kulu tagasitiitrimisel ml.

Tavaliselt $k_1 = k_2 = 1$ ja valemid omandavad järgmise kuju:

$$\text{Fe}^{+++} = (2,8 - 0,56 a) \text{ mg/l ja}$$

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = (4,0 - 0,8 a) \text{ mg/l.}$$

g) Sulfaatiooni määramine.

SO₄^{''} määramine trilonomeetrilisel menetlusel põhineb sulfaatiooni sadestamisel BaCl₂ tiitritud lahusega ja Ba⁺⁺ liia tiitrimisel triloon B-ga ühe kroomindikaatori ja ammoniaakpuhverlahuse (1) juuresolekul.

Kahte koonilisse kolbi mõõdetakse 100 ml analüüsivat vett. Ühes proovis määratakse üldkaredus, teises sulfaatiooni sisaldus. Selleks pannakse proovi tükk kongopaberit ja lisatakse 0,05 n HCl kuni paberi värvuse muutumiseni. Siis lisatakse lahusele 5,0 ml 0,1 n BaCl₂, segatakse ja jäetakse 10...15 minutiks seisma. Pärast nimetatud aja möödumist lisatakse 5 ml ammoniaakpuhverlahust (1), 6...8 tilka ET-00 ja tiitritakse triloon B-ga kuni lahuse värvuse muutumiseni.

SO₄^{''} kontsentratsioon lahuses on:

$$\text{SO}_4^{''} = \frac{aH - (b - b_1) H_1 \cdot 48 \cdot 1000}{B} \text{ mg/l,}$$

kus a — 0,1 n BaCl₂ lahuse kulu ml,

H — BaCl₂ lahuse normaalsus,

b — triloon B lahuse kulu tiitrimisel ml,

b_1 — triloon B lahuse kulu üldkareduse määramisel ml,

H_1 — triloon B lahuse normaalsus,

B — analüüsiks võetud vee hulk ml.

h) Jäävkareduse määramine.

Jäävkareduse määramiseks võetakse 100 ml analüüsitava vett ja keedetakse koonilises kolvis 1 tund. Araauranud vee kogus asendatakse destilleeritud veega. Jahtunud proov filtritakse. Edasine analüüsi käik on analoogiline üldkareduse määramisega.

4. VÄIKESE KAREDUSEGA VEE ANALÜÜS

Selliste vete hulka kuuluvad kondensaadid, keemiliselt puhastatud veed ning toite- ja katlaveed.

100 ml analüüsitavale veele lisatakse 1 ml boraatpuhverlahust, 7...8 tilka ET-00 (või 5 ml ammoniaakpuhverlahust (1) ja 7...8 tilka kroomtumesinist) ning tiitritakse mikrobüretist 0,01 n triloon B lahusega aeglaselt kogu aeg intensiivselt segades kuni lahuse värvuse muutuseni.

Analüüsitava vee karedus:

$$K = \frac{a \cdot k \cdot n \cdot 1000}{V} \text{ mvaal/l,}$$

kus a — tiitrimiseks kulunud 0,01 n triloon B lahuse hulk ml,

k — 0,01 n triloon B lahuse paranduskoefitsient,

n — triloon B lahuse normaalsus,

V — analüüsiks võetud vee hulk ml.

Näide. Analüüsiks võeti 100 ml vett, tiitrimiseks kulus 0,25 ml 0,01 n triloon B lahust; lahuse $k = 0,98$.

$$K = \frac{0,25 \cdot 0,98 \cdot 0,01 \cdot 1000}{100} = 0,024 \text{ mvaal/l.}$$

Kroomindikaatorite tundlikkus võimaldab avastada Mg^{++} alates kontsentratsioonist 1,5 μ vaal/l ja Ca^{++} alates 7,0 μ vaal/l. Seega on väikese kareduse määramise tundlikkus Ca^{++} ja Mg^{++} vahekorra suhtes. Kui suhe $Ca^{++} : Mg^{++} = 1 : 1$, siis on väikseim määratav karedus 3,0 μ vaal/l; kui suhe $Ca^{++} : Mg^{++} = 3 : 1$, siis on väikseim määratav karedus 6,0 μ vaal/l.

Seoses sellega tuleb täpsemate tulemuste saamiseks kasutada triloon B lahuse tagasitiitrimise menetlust magneesiumisoola lahusega.

100 ml analüüsitavale veele lisatakse mikrobüretist täpselt 0,2 ml 0,01 n triloon B-d, 1 ml boraatpuhverlahust ja 7...8 tilka ET-00 (või 5 ml ammoniaakpuhverlahust (1) ja 7...8 tilka kroomtumesinist), kui lahuse värvus jääb selle juures siniseks, siis alustatakse tiitrimist 0,002 n magneesiumisoola lahusega. Tiitritakse aeglaselt proovi kogu aeg intensiivselt segades.

Analüüsitava vee karedus:

$$K = \frac{(0,2 \cdot 0,01 K_{tr} - a \cdot 0,002 K_{Mg})}{100} \cdot 1000 =$$
$$= 0,02 (K_{tr} - K_{Mg} a) \text{ mvaal/l ehk}$$
$$20 (K_{tr} - K_{Mg} a) \text{ } \mu\text{vaal/l,}$$

kus a — 0,002 n magneesiumisoola lahuse kulu tiitrimisel ml.

0,2 — proovile lisatud 0,01 n triloon B lahuse hulk ml,
 K_{tr} ja K_{Mg} — 0,01 n triloon B ja 0,002 n magneesiumisoola lahuse paranduskoefitsiendid.

Kui proovi värvus pärast 0,2 ml 0,01 n triloon B, puhverlahuse ja indikaatori lisamist on punakaslilla, siis jätkatakse tema tiitrimist 0,01 n triloon B-ga kuni lahuse värvuse muutumiseni.

Analüüsitava vee karedus:

$$K = 0,1 k (0,2 + a) \text{ mvaal/l ehk}$$

$$K = 100 k (0,2 + a) \text{ } \mu\text{vaal/l,}$$

kus k — 0,01 n triloon B lahuse paranduskoefitsient,

a — tiitrimiseks kulunud 0,01 n triloon B lahuse hulk ml,

0,2 — triloon B lahuse hulk ml, mis lisati proovile enne tiitrimist.

Zn⁺⁺, Cu⁺⁺ ja Mn⁺⁺ mõju kõrvaldamine analüüsil toimub analoogiliselt ptk. 3 toodud meetodikale.

5. KATLAKIVI ANALÜÜS

Katlakivi ja sadestused kujutavad endast keerukaid mitmekomponendilisi süsteeme. Viimaste süstemaatilist analüüsi lihtsustab tunduvalt triloon B kasutamine. Seda eriti siis, kui on teada komponentide kvalitatiivne koostis.

Analüüsi käik triloon B kasutamisel on analoogiline katlakivi favalise analüüsi käiguga. Tähtis on, et filtraat oleks pärast SiO₂ eraldamist happelise reaktsiooniga (1 g katlakivist valmistatud 500 ml lähtelahust peab sisaldama 5 ml kontsentreeritud HCl).

Katlakivi lähtelahuse analüüsiks on välja töötatud kolm varianti.

Süstemaatilise analüüsi käigu teeb keerukamaks Cu⁺⁺, mis segab kõikide kationide trilonomeetrilist määramist. Selle-

pärast on analüüsil esimeseks ülesandeks Cu^{++} eraldamine lahusest.

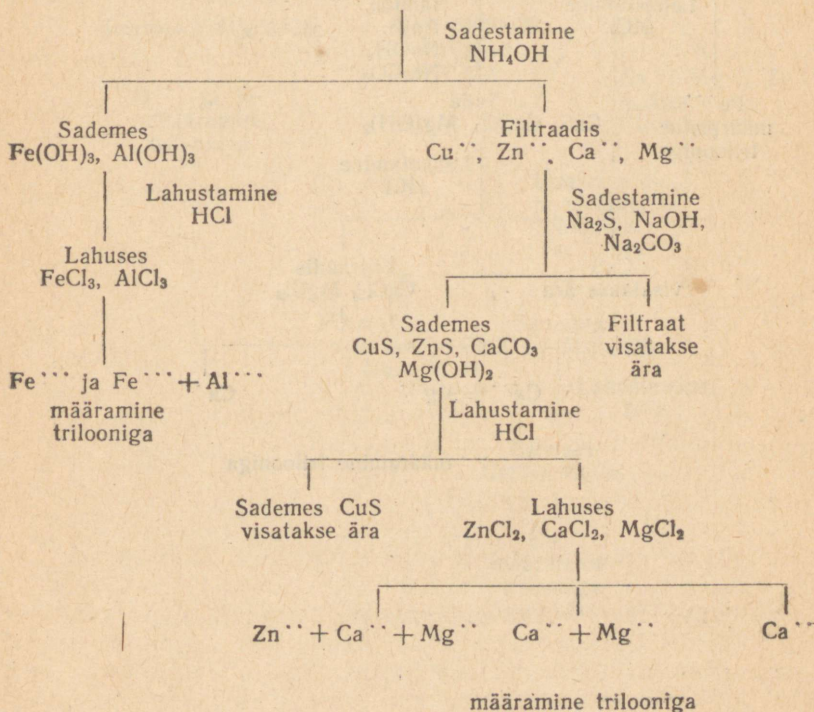
Kahe esimese variandi puuduseks on asjaolu, et pärast sademe lahustamist soolhappes läheb lahusesse osa Cu^{++} , mis segab Ca^{++} , Mg^{++} ja Zn^{++} määramist. Kui lahuses Cu^{++} puudub, võib filtraadist kohe, ilma teiste komponentide eelneva eraldamiseta määrata Fe^{+++} .

Teiseks komponendiks, mis segab trilonomeetrilist määramist, on Mn^{++} . Kui Mn^{++} sisaldus lahuses on alla 5%, siis võib teha analüüsi ilma viimast eraldamata. Süstemaatilises analüüsi käigus mõjutab Mn^{++} , Al^{+++} ja Mg^{++} määramist. Mn^{++} määratakse kas raud- ja alumiiniumkloriidide või Ca -, Mg - ja Zn -kloriidide lahusest MnO_4^- -na ja tehakse vastav parandus Al_2O_3 ja MgO sisaldusele.

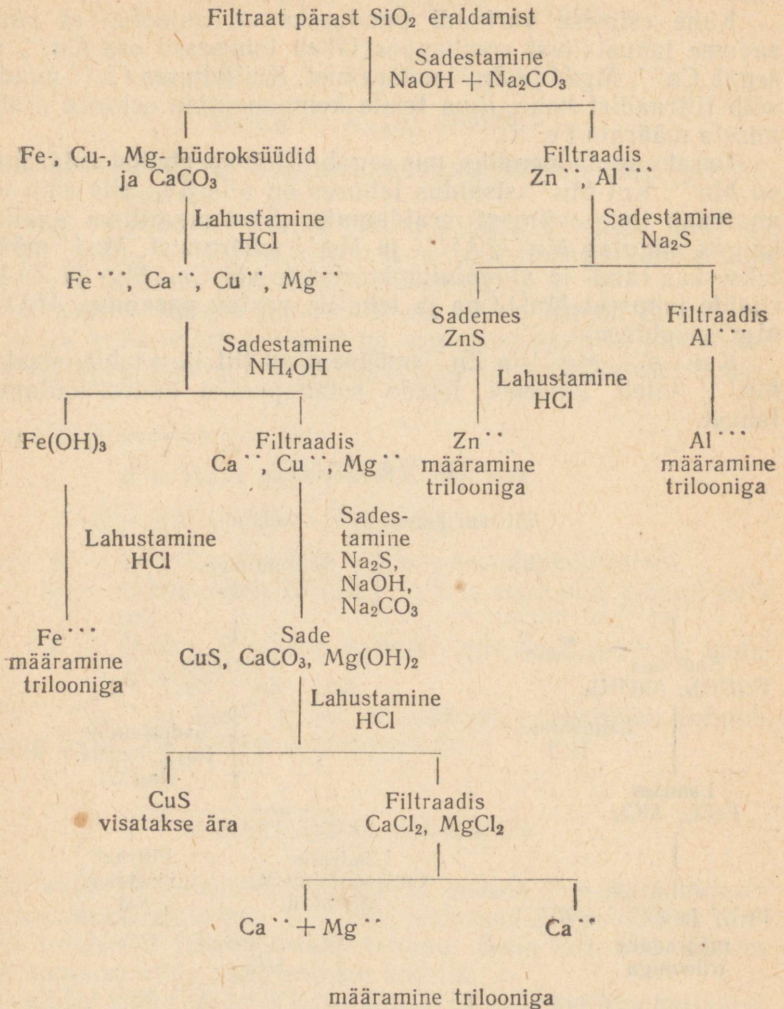
Kui Ca^{++} , Mg^{++} ja Zn^{++} määramisel tiitritav lahus sisaldab Mn^{++} , tuleb lahusele lisada soolhappelist hüdroksüülamiini lahust.

I VARIANT

Filtraat pärast SiO_2 eraldamist



II VARIANT



III VARIANT

Filtraat pärast SiO_2 eraldamist

töötlemine tahke
tiosulfaadiga

Filtraat pärast
 CuS eraldamist

CuS
(vase määramine)

Väävli
koaguleerimine
(keetmine)

Väävel

Filtraat pärast
väävli eraldamist

$\text{Fe}(\text{OH})_3$ ja $\text{Al}(\text{OH})_3$
sadestamine

Sademes $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$

Lahustamine
 HCl

Lahuses FeCl_3 , AlCl_3

Al^{+++} ja Fe^{+++}
määramine
trilooniga

Filtraat pärast
hüdroksüüdide eraldamist

Sadestamine
leelise ja
soodaga

Ca^{++} , Mg^{++} , Zn^{++}
määramine
trilooniga

Lisatakse Na_2S
ja määratakse
trilooniga
 Ca^{++} , Mg^{++}

Filtraat
visatakse
ära

Sademes
 $\text{CaCO}_3 + \text{Mg}(\text{OH})_2$

Lahustamine
 HCl

Lahuses
 CaCl_2 , MgCl_2

Ca^{++}
määramine
trilooniga

N ä i d e. Analüüsi käik kolmanda variandi järgi.

Kui analüüsitav lahus sisaldab üle 5% P_2O_5 , siis tuleb filtraat pärast SiO_2 eraldamist H-kationeerida.

a) Cu^{++} määramine ja eraldamine.

100 ml filtraadile lisatakse pärast SiO_2 eraldamist 5 ml kontsentreeritud HCl ja kuumutatakse keemiseni. Keevale proovile lisatakse 5 g naatriumtiosulfaati. Sademesse lähevad Cu_2S ja CuS . Lahust keedetakse kuni sulfiidide sade on täiesti koaguleerunud ja filtritakse läbi tuhavaba filterpaberi. Filtritud sade pestakse mitu korda destilleeritud veega. Eraldunud väevli tõttu võib hapu filtraat olla hägune, kuid ei tohi olla tume. Kui filtraat on tume, siis jätkatakse keetmist, lisades lahusele veel 1 g naatriumtiosulfaati. Tekkinud sade filtritakse läbi tuhavaba filterpaberi ja pestakse kuuma destilleeritud veega.

Sade koos filterpaberiga pannakse portselantiiglisse, tuhasatakse elektripliidil, kuumutatakse muhvelahjus $800^{\circ}C$ juures 10 minutit ja jahutatakse. Tiiglis olev sade kantakse üle keeduklaasi, tiiglisse lisatakse 2 ml kontsentreeritud HNO_3 ja kuumutatakse. Saadud lahus lisatakse keeduklaasis olevale sademele, kuhu viiakse veel 3 ml kontsentreeritud HNO_3 ja 30...50 ml destilleeritud vett. Segu keedetakse kuni sademe täieliku lahustumiseni. Saadud lahus jahutatakse, viiakse üle 100-ml mõõtkolbi, täidetakse destilleeritud veega kuni kriipsuni ja segatakse.

Saadud lahusest mõõdetakse kolbi 50 ml, lisatakse 50 ml destilleeritud vett, 1 ml metüüloranži ja neutraliseeritakse ettevaatlikult 10%-se NH_4OH -ga. Teise kolbi mõõdetakse ülejäänud 50 ml lahust, lisatakse 50 ml destilleeritud vett ja niisugune kogus 10%-st NH_4OH , kuipalju kulus eelmise proovi neutraliseerimiseks.

Mõlemasse kolbi lisatakse 1 ml ammoniaakpuhverlahust (1) ja mõni tilk mureksiidi. Esimeses kolvis viiakse läbi orienteeruv tiitrimine trilooniga, teises täpne. Tiitritakse niikaua, kuni lahuse värvus muutub kollakas-rohelisest lillaks. Juurdelisatav mureksiidi hulk sõltub Cu^{++} sisaldusest proovis. Kui $Cu^{++} > 5\%$, siis tuleb lisada 6...7 tilka mureksiidi; kui $Cu^{++} < 5\%$, siis 2 tilka. Kasutatava triloon B normaalsus on Cu^{++} kontsentratsioonist. On lubatud kasutada trilooni normaalsusega 0,01...0,1.

Vasesisaldust lahuses arvutatakse valemiga:

$$CuO = \frac{39,77 a k n \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{50 \cdot 100 B \cdot 1000} = \frac{39,77 a k n}{B} \%$$

kus a — tiitrimiseks kulunud triloon B lahuse hulk ml,

k — triloon B lahuse paranduskoefitsient,

n — triloon B lahuse normaalsus,

B — katlakivi kaalutis g.

Cu⁺⁺ võib määrata ka otse filtraadist pärast SiO₂ eraldamist. Selleks neutraliseeritakse võetud proov metüüloranži juuresolekul 10%-se NH₄OH-ga, lisatakse 10 ml atsetaatpuhverlahust (pH = 5), 5 ml ammooniumfluoriidi küllastatud lahust (Al ja Fe sidumiseks), 6...7 tilka mureksiidi lahust ja tiitritakse triloon B lahusega. Arvutus on analoogiline ülaltooduga.

b) Fe⁺⁺⁺ ja Al⁺⁺⁺ määramine.

Väävlil koaguleerimiseks aurutatakse filtraat pärast Cu⁺⁺ eraldamist kokku 50...70 ml-ni. Keemiseni kuumutatud lahusele lisatakse tilkhaaval umbes 1 ml HNO₃ (e = 1,4) niikaua, kuni tilga langemine ei kutsu enam esile lahuse keemist, ja 100 ml keeva destilleeritud vett. 10...15 minuti möödumisel koaguleerunud väävel filtritakse. Sade pestakse 2...3 korda kuuma destilleeritud veega. Filtraadid ühendatakse ja aurutatakse kokku 100 ml-ni. Kui lahus muutub aurutamisel uuesti häguseks, siis see tähendab, et kogu väävel ei ole veel koaguleerunud ja operatsiooni korratakse veelkord.

Edasises analüüsi käigus lisatakse lahusele 2...3 g NH₄Cl ja Fe⁺⁺⁺ ning Al⁺⁺⁺ sadestatakse kontsentreeritud NH₄OH-ga, viies viimast lahusesse liiaga. Sade filtritakse ja pestakse ammooniumhüdrosüüdi sisaldava 2%-se NH₄NO₃ lahusega. Filtraat koos pesuveega hoitakse alles. Sademe järgnev lahustamine soovitatakse läbi viia samas kolvis, kus toimus sadestamine.

Sademe lahustamiseks lisatakse kolbi 10...25 ml 1 n HCl ja samapalju destilleeritud vett ning kuumutatakse vesivannil kuni sademe täieliku lahustumiseni. Lahus viiakse üle 250-ml mõõtkolbi, filter pestakse kuuma soolhappega hapustatud destillaadiga (1:100) ja pesuvesi lisatakse samasse mõõtkolbi. Pärast lahuse jahtumist täidetakse mõõtkolb destilleeritud veega kuni kriipsuni.

Alumiiniumi ja raua määramiseks võetakse kaks proovi, kumbki 100 ml, kuumutatakse 50...60°C-ni, lisatakse 2 ml naatriumsulfosalitsülaati ja tiitritakse 0,05 n triloon B-ga.

Rauasisaldus lahuses arvutatakse valemiga:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{39,93 \text{ ak} \cdot 0,05 \cdot 250 \cdot 500 \cdot 100}{100 \cdot 100 \cdot 1000 \text{ B}} = 2,5 \frac{\text{ak}}{\text{B}} \%,$$

kus *a* — tiitrimiseks kulunud triloon B lahuse hulk ml,

k — triloon B lahuse paranduskoefitsient,

B — katlakivi kaalutis g.

Alumiiniumi määramiseks tuleb pärast raua määramist lisada kolbi 2...3 ml triloon B lahust rohkem kui seda on vaja Al⁺⁺⁺ sidumiseks. Kuna aga Al⁺⁺⁺ sisaldus proovis ei ole teada, siis lisatakse triloon B-d alguses ainult ühte kolbi. Kui Al⁺⁺⁺ sisaldus on alla 5% Al₂O₃, siis on küllaldane lisada proovile 5 ml

0,05 n triloon B-d. Pärast triloon B lisamist kuumutatakse lahus kuni keemiseni ja neutraliseeritakse metüülpunase juuresolekul ammoniaakpuhverlahusega (1). Neutraliseeritud lahus jahutatakse 1...2 minuti jooksul toatemperatuurini, lisatakse 10 ml atsetaathapetlahust (pH = 6) ja tiitritakse triloon B liig tagasi 0,01 m rauasoola standardlahusega kuni lahuse värvuse muutumiseni kollasest telliskivipunaseks (värvus peab püsima vähemalt 1...2 minutit). Kui rauasoola standardlahuse kulu proovi tiitrimiseks on 3...8 ml, siis lisatakse teisele proovile samapalju triloon B-d kui esimesele. Kui rauasoola standardlahuse kulu on aga üle 8 ml, siis lisatakse teisele proovile vastavalt vähem triloon B-d, arvestusega, et 1 ml 0,05 n triloon B lahusele kuulub 2,5 ml rauasoola standardlahust. Pärast triloon B lisamist teise kolbi on analüüsi käik analoogiline esimesega.

Alumiiniumisisaldus lahuses arvutatakse valemiga:

$$\text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{25,5(c - ad)k \cdot 0,05 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 250}{100 \cdot 100 \cdot 1000 B} = \frac{1,6(c - ad)k}{B} \%$$

kus a — tiitrimiseks kulunud rauasoola standardlahuse hulk ml,

d — 1 ml rauasoola standardlahusele vastav triloon B lahuse hulk ml,

c — 0,05 n triloon B lahuse hulk ml, milline lisati proovile pärast Fe^{+++} määramist,

k — 0,05 n triloon B lahuse paranduskoefitsient,

B — katlakivi kaalutis g.

c) Ca^{++} , Mg^{++} ja Zn^{++} määramine.

Pärast Fe^{+++} ja Al^{+++} eraldamist määratakse filtraadist Ca^{++} , Mg^{++} ja Zn^{++} . Filtraat viiakse 250-ml mõõtkolbi ja täidetakse destilleeritud veega kuni kriipsuni. Ca^{++} , Mg^{++} ja Zn^{++} määramiseks võetakse 50 ml lahust, lisatakse 50 ml destilleeritud vett, 15 ml kontsentreeritud NH_4OH , mõni tilk naatriumdietüüldiisokarbamaati, 6...8 tilka ET-00 ja tiitritakse triloon B-ga (lahuse kulu on a ml).

Ca^{++} ja Mg^{++} määramiseks võetakse 100 ml lahust, lisatakse 25 ml kontsentreeritud NH_4OH , 1...2 ml 2...5%-st Na_2S , 6...8 tilka ET-00 ja tiitritakse triloon B-ga (lahuse kulu on b ml).

Ca^{++} määramist mureksiidiga segab antud juhul suur ammooniumisoolade hulk lahuses. Nende eraldamiseks lisatakse 100 ml lahusele 40 ml 2,5 n NaOH ja keedetakse kuni NH_3 lõhna täieliku kadumiseni. Lahus aurutatakse selle juures kokku $1/4$... $1/5$ mahuni. Kuumale lahusele lisatakse veel 10 ml 2,5 n NaOH , kui selle juures on tunda NH_3 eraldumist, siis jätkatakse keetmist, kuni NH_3 lõhna täieliku kadumiseni, lisatakse 5 ml 10%-st Na_2CO_3

ja keedetakse 5 minutit. Kuum lahus filtritakse läbi tuhavaba filterpaberi. Pesemata sade lahustatakse 20 ml kuumas 1 n HCl-s ja filter pestakse mitu korda kuuma destilleeritud veega. Lahus jahutatakse, lisatakse 1...2 tilka metüüloranži, neutraliseeritakse 2 n NaOH-ga, lisatakse veel 5 ml 2 n NaOH, 1 ml 2...5%-st Na₂S, 5...6 tilka mureksiidi ja tiitritakse triloon B-ga (lahuse kulu on *c* ml).

Kaltsiumi-, magneesiumi- ja tsingisisaldus lahuses arvutatakse valemitega:

$$\text{CaO} = \frac{28 \cdot 0,05 \cdot c \cdot k \cdot 250 \cdot 500 \cdot 100}{100 \cdot 100 \cdot 1000 B} = 1,75 \frac{c k}{B} \%;$$

$$\text{MgO} = \frac{20,16 \cdot 0,05 (b - c) k \cdot 250 \cdot 500 \cdot 100}{100 \cdot 100 \cdot 1000 B} = 1,26 \frac{(b - c) k}{B} \%;$$

$$\text{ZnO} = \frac{40,6 \cdot 0,05 (a - 0,5 b) k \cdot 250 \cdot 500 \cdot 100}{50 \cdot 100 \cdot 1000 B} = \frac{5,07 (a - 0,5 - c) k}{B} \%;$$

kus *a* — triloon B kulu Zn⁺⁺ + Ca⁺⁺ + Mg⁺⁺ tiitrimiseks ml,

b — triloon B kulu Ca⁺⁺ + Mg⁺⁺ tiitrimiseks ml,

c — triloon B kulu Ca⁺⁺ tiitrimiseks ml,

k — 0,05 n triloon B paranduskoefitsient,

B — katlakivi kaalutis g.

Ka siis, kui sadestuste analüüs teha klassikalise skeemi järgi, on otstarbekohane kasutada Mg⁺⁺ määramiseks filtraadis pärast kaltsiumoksalaadi eraldamist triloon B-d. Vastava pH saamiseks võib ammoniaakpuhverlahuse (1) asemel kasutada 25%-st NH₄OH (30 ml). Värvimuutuse teravustamiseks ekvivalentpunktis lisatakse NH₄OH-le 0,5 g/l kaaliumkromaati. Indikaatorina kasutatakse ainult ET-00. Lahuse värvus muutub vaarikapunasest rohelisteks. Kui analüüsitavas proovis on Cu⁺⁺, siis tuleb Na₂S lisada enne indikaatorit.

6. VAJALIKUD REAKTIIVID JA NENDE VALMISTAMINE

Kõikide reaktiivide valmistamiseks ja analüüsitava vee lahjendamiseks kasutatakse värskelt valmistatud ja kontrollitud destilleeritud vett, mis ei tohi sisaldada Ca⁺⁺, Mg⁺⁺, Cu⁺⁺, Fe⁺⁺⁺ ega teisi elemente.

a) Destilleeritud vee kvaliteedi kontroll.

100 ml destilleeritud veele lisatakse 1 ml ammoniaakpuhverlahust (1) ja 5 tilka kroomtumesinist. Kui vesi selle juures värvub siniseks, siis võib seda kasutada analüütiliste lahuste valmis-

tamiseks. Vastasel juhul tuleb vett veelkord destilleerida või lasta läbi laboratoorse H-kationiitfiltri.

b) Triloon B lahused.

0,1 n triloon B lahus peab sisaldama 18,6127 g etüleendi-amiinotetraäädikhappe naatriumisoola, 0,05 ja 0,01 n triloon B lahus vastavalt 9,3064 ja 1,8616 g.

Kaalutud triloon B kogus lahustatakse destilleeritud vees, filtritakse, kui lahus on hägune; lahuse mahtu suurendatakse destilleeritud veega kuni liitrini.

Triloon B lahuste paranduskoefitsientide määramiseks kasutatakse järgmisi koguseid 0,01 n magneesiumisoola lahust:

0,1 n triloon B jaoks 100 ml,

0,05 n „ „ 50 ml,

0,01 n „ „ 10 ml.

Võetud lahuse mahtu suurendatakse vajaduse korral destilleeritud veega 100 ml-ni, lisatakse 5 ml ammoniaakpuhverlahust, 5...7 tilka ühte kroomindikaatoritest ja tiitritakse aeglaselt kogu aeg intensiivselt segades triloon B lahusega. 0,01 n triloon B lahuse normaalsuse määramisel tuleb indikaatorina kasutada kroomtumesinist.

Lahuse paranduskoefitsient:

$$K_{tr} = \frac{a K_{Mg}}{a_1},$$

kus a — võetud magneesiumisoola lahuse hulk ml,

a_1 — tiitrimiseks kulunud triloon B lahuse hulk ml,

K_{Mg} — magneesiumisoola lahuse paranduskoefitsient.

c) Magneesiumisoola lahused.

0,1 n magneesiumsulfaadi ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) lahus peab sisaldama 12,325 g ja 0,01 n magneesiumsulfaadi lahus vastavalt 1,2325 g nimetatud soola.

Kaalutud kogus magneesiumsulfaati lahustatakse destilleeritud vees ja suurendatakse lahuse mahtu destilleeritud veega kuni liitrini.

Kuna magneesiumsulfaat seismisel võib kaotada osa oma kristallveest, siis tuleb valmistatud lahuse normaalsust kontrollida:

100 ml 0,1 n magneesiumsulfaadi lahust lahjendatakse destilleeritud veega liitrini. Saadud 0,01 n lahus lastakse läbi laboratoorse H-kationiitfiltri. Kogutud filtraadist võetakse 100 ml ja tiitritakse metüüloranži juuresolekul 0,1 n NaOH lahusega.

0,1 n $MgSO_4$ lahuse normaalsus arvutatakse valemiga:

$$K_{Mg} = 0,1 A K_{leel},$$

kus K_{leel} — 0,1 n NaOH paranduskoefitsient,

A — 0,1 n NaOH kulu tiitrimiseks ml.

Kui magneesiumsulfaadi lahus valmistati fiksonaalist, siis ei ole seda lahust vaja kontrollida.

d) Puhverlahused.

Ammoniaakpuhverlahus (1):

destilleeritud vees lahustatakse 20 g keemiliselt puhast NH_4Cl , lisatakse 100 ml 25%-st keemiliselt puhast NH_4OH ; saadud lahuse mahtu suurendatakse destilleeritud veega kuni liitrini.

Ammoniaakpuhverlahus (2) (Ca^{++} ja Mg^{++} eraldi määramiseks):

destilleeritud vees lahustatakse 67,5 g keemiliselt puhast NH_4Cl , lisatakse 570 ml 25%-st NH_4OH ja lahjendatakse destilleeritud veega kuni liitrini.

Boraatpuhverlahus:

800 ml destilleeritud vees lahustatakse 40 g keemiliselt puhast naatriumtetraboraati ($\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$); eraldi lahustatakse 100 ml destilleeritud vees 10 g keemiliselt puhast NaOH . Pärast jahutamist segatakse mõlemad lahused, saadud lahuse mahtu suurendatakse destilleeritud veega kuni liitrini. Kuna boraatpuhverlahus reageerib klaasi koostises olevate kareduse sooladega, siis tuleb lahust hoida kas orgaanilisest klaasist või parafineeritud nõus.

Atsetaatpuhverlahus ($\text{pH} = 4$):

1 n naatriumatsetaadi ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) lahus segatakse 5,5 n äädikhappelahusega vahekorras 1:1.

Atsetaatpuhverlahus ($\text{pH} = 6$):

destilleeritud vees lahustatakse 550 g naatriumatsetaati ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), lahuse mahtu suurendatakse destilleeritud veega kuni liitrini ning lisatakse 100 ml 1 n äädikhapet.

e) Indikaatorid.

Kromogeenmust ET-00 ja kroomtumesinine:

20 ml ammoniaakpuhverlahuses (1) lahustatakse 0,5 g indikaatorit, saadud lahuse mahtu suurendatakse piiritusega kuni 100 ml-ni. ET-00 säilib kasutamiskõlblikuna 10 päeva; kroomtumesinine kauem.

Ammooniumrodaniid:

60 ml destilleeritud vees lahustatakse 40 g ammooniumrodaniidi (NH_4CNS).

Naatriumsulfosalitsülaad:

60 ml destilleeritud vees lahustatakse 10 g sulfosalitsüülhapet ja lisatakse 35 ml 2 n NaOH. Lahusel peab olema hapu reaktsioon metüüloranži järgi.

Mureksiid:

10 ml destilleeritud vees lahustatakse 0,03 g mureksiidi. Indikaatorit tuleb hoida pimedas, tema säilimiskestus kasutamiskõlblikuna on 5 päeva.

Naatriumsulfiidi lahus:

valmistatakse 2...5%-ne Na_2S lahus. Valmis lahus tuleb hoida kas parafineeritud või orgaanilisest klaasist anumast.

Naatriumdietüülditiokarbamaadi lahus:

nimetatud lahuse valmistamiseks tuleb müügilolev naatriumdietüülditiokarbamaat ümber kristallida piirituse- või atsetoonilahusest. Ümberkristallitud soolast valmistatakse 3%-ne vesilahus.

Soolhappeline hüdroksüülamiini lahus:

destilleeritud vees lahustatakse 1 g soolhappelist hüdroksüülamiini ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$), saadud lahuse mahtu suurendatakse destilleeritud veega 100 ml-ni.

f) Raudammooniumsulfaadi standardlahus.

1...1,5 ml väävelhappega ($e = 1,84$) hapustatud destilleeritud vees lahustatakse 4,82 g raudammooniumsulfaati, saadud lahuse mahtu suurendatakse destilleeritud veega kuni liitrini. Iga milliliiter sellist 0,01 m lahust sisaldab umbes 0,56 mg rauda. Triloon B ja rauasoola standardlahuse vahelise suhte selgitamiseks mõõdetakse kolme kolbi erinevad, kuid täpsed kogused 0,05 n triloon B-d (1; 3 ja 5 ml). Igasse kolbi lisatakse 100 ml destilleeritud vett, 5 ml atsetaatpuhverlahust ($\text{pH} = 6$), 1 ml naatriumsulfosalitsülaati ja tiitritakse rauasoola standardlahusega, kuni kollakas-oranži värvuse saavutamiseni.

Tulemustest arvutatakse triloon B keskmine hulk 1 milliliitrile rauasoola standardlahusele. 0,05 n triloon B lahuse jaoks on see umbes 0,4 ml. Väävelhappega hapustatud destillaadiga valmistatakse 0,01 m lahusest kümnekordse lahjendusega 0,001 m lahus.

g) Ammooniumoksalaadi lahus.

Destilleeritud vees lahustatakse 50 g ammooniumoksalaati, saadud lahuse mahtu suurendatakse destilleeritud veega kuni liitrini.

Ekvivalentkaalud reaktsioonis triloon B-ga

Al ⁺⁺⁺	13,485
Al ₂ O ₃	25,605
Ca ⁺⁺	20,040
CaO	28,040
Cu ⁺⁺	31,785
CuO	39,785
Fe ⁺⁺	27,925
Fe ₂ O ₃	39,925
Mg ⁺⁺	12,160
MgO	20,160
Mn ⁺⁺	27,465
MnO	35,465
Zn ⁺⁺	32,690
ZnO	40,690

KASUTATUD KIRJANDUS

1. Кострикин Ю. М. Инструкция по анализу воды, пара, накипи и отложениям в теплосиловом хозяйстве. Госэнергоиздат, 1953.
2. Инструкция по определению жесткости воды комплексометрическим методом. БТИ, Алма-Ата, 1960.
3. Трилонометрические методы химического контроля водного режима и водоподготовки тепловых электрических станциях. Госэнергоиздат, 1957.

SISUKORD

1. SISSEJUHATUS	3
2. TEOREETILISED ALUSED	3
3. LOODUSLIKU VEE ANALÜÜS:	6
a) Analüüsi meetodika	7
b) Kareduse määramine vees, mis ei sisalda Zn^{2+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+}	7
c) Mn^{2+} sisaldava vee kareduse määramine	8
d) Cu^{2+} ja Zn^{2+} sisaldava vee kareduse määramine	8
e) Kaltsiaal- ja magneesiaalkareduse määramine	8
f) Rauasisalduse määramine	9
g) Sulfaatiooni määramine	10
h) Jäävkareduse määramine	11
4. VÄIKESE KAREDUSEGA VEE ANALÜÜS	11
5. KATLAKIVI ANALÜÜS	12
6. VAJALIKUD REAKTIIVID	19
LISA	23
KASUTATUD KIRJANDUS	23

Анализ воды и накипи трилонометрическим методом

Составитель В. Раусберг

На эстонском языке

Бюро технической информации СНХ ЭССР

Таллин, ул. Ломоносова, 49

Toimetaja M. Saar

Ladumisele antud 9. VI 1961. Trükkimisele antud 6. IX 1961. Paber 60×92, 1/16.

Trükipoognaid 1,5. Trükiarv 1200. MB-07509. Tellimise nr. 2079.

Trükikoda «Ühiselu». Tallinn, Pikk 40/42.

Hind 8 kop.

8 kop.

A-24056

TÜ RAAMATUKOGU



1 0300 00359069 4