ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ОХРАНА ПРИРОДЫ. ГИДРОСФЕРА МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ГИДРАЗИНА В СТОЧНЫХ ВОДАХ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

ОСТ 34-70-715 - 85

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕН
Приказом Минэнерго СССР
от 06.05.85
№ 29а

СОГЛАСОВАНО
Начальник
управления по охране
природы Минэнерго СССР
К.В.Ананичев
19€5г.

СОГЛАСОВАНО
Зам. начальника
Главтехуправления
Минэнерго СССР
Ш.Я. Шамараков
21.05.85 1985 г.

ЛИСТ УТВЕРЖДЕНИЯ

отраслевого стандарта "Охрана природы. Гидросфера. Метод определения концентрации гидразина в сточных водах тепловых электростанций"

ОСТ 34-70-715-85

Зам. директора ВТИ		Г.И. Ефимочкин
Зав. отделом стандартизации и внедрения ВТИ		Д.К. Федотов
Зам. директора УралВТИ		О.Н. Дегтев
Зав. отделением УралВТИ		Р.К. Гронский
Руководитель темы		В.И. Рычкова
Ответственный исполнитель		Я.И. Бельская

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ МИНИСТЕРСТВА ЭНЕРГЕТИКИ И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ СССР ОТ 06.05.85 № 29а

РАЗРАБОТАН Уральским филиалом Всесоюзного дважды ордена Трудового Красного Знамени теплотехническим научно-исследовательским институтом им. Ф.Э. Дзержинского

ИСПОЛНИТЕЛИ В.И.Рычкова, Я.И. Вельская, Г.И. Митрюкова

628.13:543.06

УДК ~~681.311.22:628.314.2~~

Группа Т58

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

Охрана природы. Гидросфера.
Метод определения концентрации гидразина в сточных водах тепловых электростанций
ОКСТУ 0017

О С Т
34-70-715-85
Введен впервые

Приказом Министерства энергетики и электрификации СССР
от 6 мая 1985 г. № 29а Срок введения установлен
с 01.04.86 г.

Настоящий стандарт распространяется на сточные воды тепловых электростанций и устанавливает фотометрический метод определения концентрации гидразина в них.

Сущность метода состоит во взаимодействии гидразина с *п* - диметиламинобензальдегидом с образованием азина, окрашенного в желтый цвет. Максимум в спектре поглощения наблюдается при длине волны 450 нм. Отрицательное влияние органических аминов и нитритов устраняется обработкой пробы иодом и сульфаминовой кислотой.

Предельная концентрация гидразина при его обнаружении составляет 0,005 мг/дм^3.

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 24481-80.

Объем пробы должен быть не менее 50 см^3.

Пробы отбирают в стеклянную посуду. Анализ должен быть выполнен не позднее чем через 4 ч. после отбора.

---

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любой модели (λ = 440÷460 нм).

Кюветы с толщиной слоя 5 см.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,2 мг, классом точности I,2 по ГОСТ 24104-80.

Колбы мерные вместимостью 50 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770-74.

Колбы конические с притертой пробкой вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 1770-74.

Бюретка для титрования вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 20292-74.

Пипетки вместимостью I,5 и I0 $см^3$ по ГОСТ 20292-74.

Цилиндр вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770-74.

п - Диметиламинобензальдегид чистый.

Кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204-77.

Кислота сульфаминовая х.ч.

Калий иодистый х.ч. по ГОСТ 4232-74.

Иод ч.д.а. по ГОСТ 4159-79, или фиксанал.

Натрия гидроокись х.ч. по ГОСТ 4328-77.

Натрий сернова тистокислый (тиосульфат натрия) пятиводный ч.д.а. или фиксанал.

Крахмал растворимый ч. по ГОСТ 10163-76.

Гидразин сернокислый ч.д.а. по ГОСТ 5841-74, или дигидрохлорид ч.д.а. по ГОСТ 22159-76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.I. Перед проведением анализа должны быть приготовлены.

3.I.I. Раствор *п* - диметиламинобензальдегида. В мерной колбе вместимостью 500 $см^3$ растворяют I5г. *п* - диметиламино-

бензальдегида в 200-300 см^3 серной кислоты, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1:4, доводят этой же кислотой до метки и перемешивают. Раствор устойчив в течение 1 мес. при хранении в темном месте в плотно закрытом сосуде.

3.1.2. Раствор сульфаминовой кислоты. В 100 см^3 дистиллированной воды растворяют 1 г сульфаминовой кислоты.

3.1.3. Раствор серной кислоты примерной концентрацией 0,5 моль/дм^3. В 400-500 см^3 дистиллированной воды вливают 27 см^3 серной кислоты пл. 1,84 и после охлаждения доводят дистиллированной водой до 1 дм^3. Жидкость перемешивают.

3.1.4. Серная кислота разбавленная дистиллированной водой в соотношении 1:4. Один объем серной кислоты пл. 1,84 вливают в четыре объема дистиллированной воды. Дают остыть и перемешивают.

3.1.5. Раствор иода концентрацией 0,1 моль/дм^3 готовят из фиксанала иода.

При отсутствии фиксанала можно использовать кристаллический иод. Для этого взвешивают в бюксе 12,7 г иода, растворяют его в 50 см^3 50 %-ного раствора иодистого калия в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Поправочный коэффициент раствора иода устанавливают по раствору тиосульфата натрия. Раствор 0,1 моль/дм^3 иода достаточно устойчив.

Раствор иода концентрацией 0,01 моль/дм^3 получают налив в мерную колбу вместимостью 500 см^3 50 см^3 раствора иода 0,1 моль/дм^3 концентрации доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор иода 0,01 моль/дм^3 малоустойчив, его концентрацию контролируют перед использованием. Растворы иода

хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой.

3.1.6. Раствор тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3 готовят из фиксанала тиосульфата натрия. При отсутствии фиксанала 24,8 г тиосульфата натрия растворяют в свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Поправочный коэффициент устанавливают по двухромовокислому калию. Раствор тиосульфата натрия хранят в бутылях, закрытых пробкой с хлоркальциевой трубкой, наполненной натронной известью или аскаритом.

Для приготовления раствора концентрации 0,01 моль/дм^3 в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 100 см^3 раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 доводят до метки свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Раствор применяют свежеприготовленным.

3.1.7. Раствор крахмала 1 %-ной концентрации готовят по ГОСТ 4517-75.

3.1.8. Раствор гидроокиси натрия концентрацией 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 4517-75.

3.1.9. Основной (стандартный) раствор гидразина, концентрацией 0,1 мг/см^3, приготовляют растворением 0,406 г сернокислого или 0,328 г дигидрохлорида гидразина в 50-100 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят водой до метки и перемешивают. Затем устанавливают титр раствора. Для этого 10 см^3 основного стандартного раствора гидразина наливают в коническую колбу с притертой пробкой, доводят дистиллированной водой до 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия и 20 см^3 раствора иода концентрации 0,01 моль/дм^3.

Колбу закрывают пробкой, смесь взбалтывают и оставляют в темном месте на 2-3 мин. Затем добавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты концентрации 0,5 моль/$дм^3$ титруют выделившийся иод раствором тиосульфата натрия концентрации 0,01 моль/$дм^3$ добавляя в конце титрования 1 $см^3$ раствора крахмала. Титрование ведут медленно при интенсивном перемешивании до полного обесцвечивания раствора.

Одновременно определяют расход раствора тиосульфата натрия на титрование холостой пробы, т.е. на 100 $см^3$ дистиллированной воды. Титр раствора (мг/$см^3$) устанавливают из трех определений, причем расхождения не должны превышать 0,1 $см^3$.

С учетом среднего результата вычисляется содержание гидразина (T мг/$см^3$) в приготовленном растворе:

$$T = \frac{(a_1 - a_2)\,Э\,K\,B}{V},$$

где a_1 - расход раствора тиосульфата натрия на титрование пробы холостого опыта, $см^3$;

a_2 - среднее арифметическое значение расхода раствора тиосульфата натрия на титрование основного раствора гидразина, $см^3$;

$Э$ - эквивалентная концентрация раствора тиосульфата натрия;

K - поправочный коэффициент к эквивалентной концентрации раствора тиосульфата натрия по п. 3.1.6;

B - эквивалент гидразина в реакции с иодом;

V - объем раствора гидразина, взятый для определения титра, $см^3$.

3.1.10. Рабочие стандартные растворы гидразина:

раствор 1 концентрацией 0,001 мг/$см^3$ готовят разбавлением

основного раствора в 100 раз, для этого 5 $см^3$ основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят дистиллированной водой до метки;

раствор II концентрацией 0,0001 $мг/см^3$ готовят разбавлением раствора I в 10 раз. Растворы применяют свежеприготовленными.

3.2. Построение градуировочных графиков.

3.2.1. Для интервала концентраций гидразина 0,001-0,010 мг в пробе (40 $см^3$), что соответствует 0,025-0,25 $мг/дм^3$, в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ помещают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 $см^3$ рабочего стандартного раствора I, приливают дистиллированную воду до объема 40 $см^3$, перемешивают, добавляют 5 $см^3$ раствора *п* - диметиламинобензальдегида, перемешивают и доводят объем до метки дистиллированной водой. Перемешивают и через 2 мин. измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 450 нм в кювете с толщиной слоя 5 см относительно раствора сравнения (дистиллированная вода, в которую добавлены все реактивы, как и в пробу).

Анализ повторяют еще для двух-трех серий калибровочных растворов и на основании средних значений строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от концентрации гидразина, откладывая по оси абсцисс концентрацию гидразина в миллиграммах в пробе, а по оси ординат - соответствующие значения оптической плотности.

3.2.2. Для интервала концентраций гидразина 0,0002-0,001 мг в пробе, что соответствует 0,005-0,025 $мг/дм^3$, в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ помещают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 $см^3$ рабочего стандартного раствора II, приливают дистиллированную воду до объема 40 $см^3$ и дальнейший ход анализа проводят

так же, как указано в п. 3.2.1.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. К 40 $см^3$ пробы (или к меньшему объему, содержащему не более 0,01 мг гидразина и разбавленному дистиллированной водой до 40 $см^3$), помещенной в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ раствора *п* - диметиламинобензальдегида, перемешивают, доводят дистиллированной водой до метки и снова перемешивают. Через 2 мин. пробу фотометрируют по отношению к раствору сравнения, как описано в п. 3.2.1. Концентрацию гидразина находят по градуировочному графику.

4.2. При наличии в анализируемой воде органических аминов, реагирующих с *п* - диметиламинобензальдегидом с образованием окрашенных соединений (устанавливают проведением пробного анализа), мешающее влияние их устраняют обработкой пробы иодом. Для этого отбирают две пробы одинакового объема и в первую добавляют по каплям раствор иода концентрации 0,1 моль/$дм^3$ до появления отчетливой желтой окраски. Через 1 мин. избыток иода связывают прибавлением по каплям раствора тиосульфида натрия до концентрации 0,1 моль/$дм^3$ обесцвечивания пробы. Затем к обеим пробам прибавляют реактивы, как описано в ходе определения, и фотометрируют вторую пробу по отношению к первой.

4.3. Если анализируемая вода мутна, то в качестве раствора сравнения также используют пробу анализируемой воды, в которой гидразин разрушают обработкой ее раствором иода, как описано в п. 4.2.

4.4. Если анализируемая вода содержит нитриты, то их связывают сульфаминовой кислотой. Для этого в пробу перед добавлением *п* - диметиламинобензальдегида прибавляют 1 $см^3$ суль-

фаминовой кислоты.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Концентрацию гидразина (X мг/дм^3) вычисляют по формуле

$$X = \frac{C\,1000}{V},$$

где C – концентрация гидразина в пробе, найденная по градуировочному графику, мг;

V – объем пробы, взятый для анализа, см^3;

1000 – пересчет к объему в 1 дм^3.

5.2. Пределы допускаемого значения среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений S при концентрациях 0,005-0,250 мг/дм^3 составляет 0,0015-0,015 пределы допускаемых значений систематической составляющей погрешности измерений ± 0,015-0,016 при $n = 6$ и доверительной вероятности 0,95.

6. ТРЕБОВАНИЯ К ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ

Соединения гидразина относятся к вредным веществам. При работе с растворами гидразина пипетки следует заполнять при помощи резиновой груши. При попадании растворов гидразина на кожу ее следует промыть водой.

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ
ОСТ 34-70-715-85

Номер изм.	Номера листов (страниц)				Номер документа	Подпись	Дата	Срок введения изменений
	измененных	замененных	новых	аннулированных				

gost.e-ecolog.ru