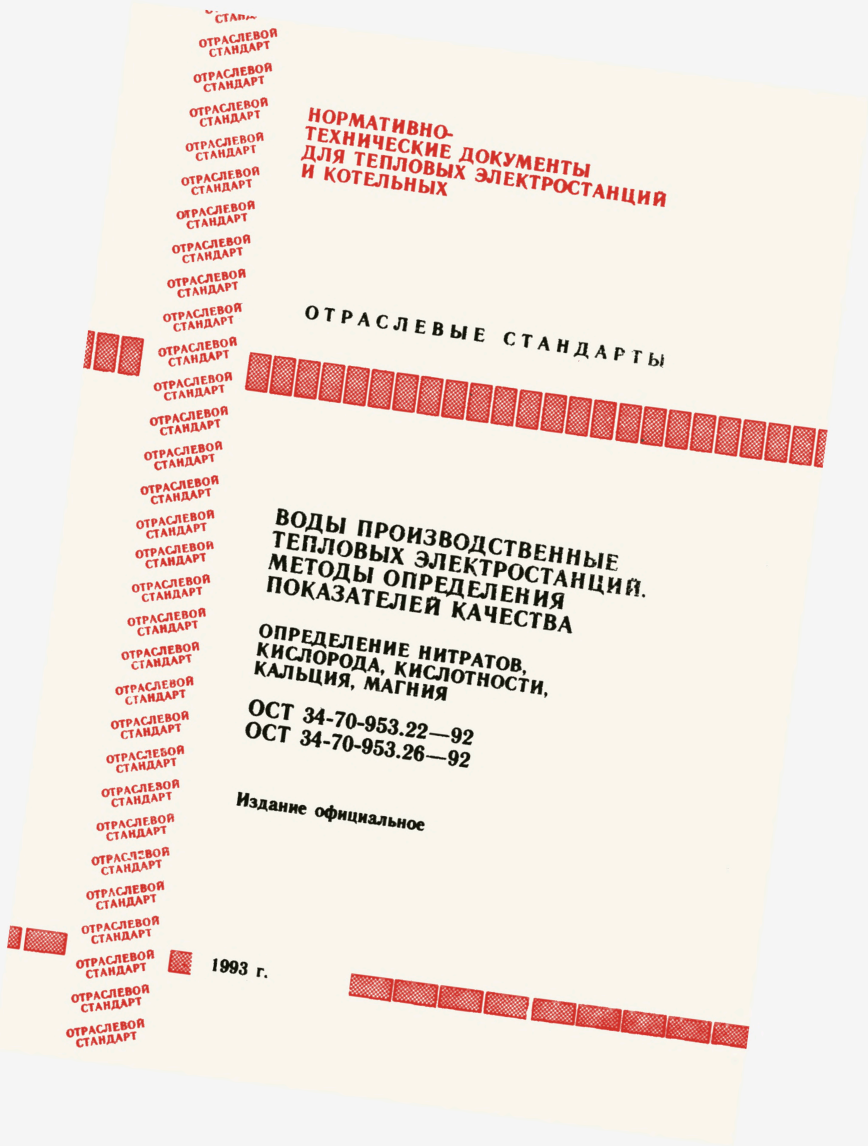


gost.e-ecolog.ru

УДК 628.I.034:546.2I.06 Группа Л09

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ
ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. ОСТ 34-70-953.23-92
Методы определения
кислорода
ОКСТУ СI09

Дата введения 0I.07.93

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает методы определения кислорода в питательных водах паровых котлов, в конденсатах турбин, а также в сетевой и подпиточной водах тепловых сетей.

Методы определения кислорода могут быть использованы при анализе производственных вод атомных электростанций.

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.I со следующими дополнениями.

Отбор проб воды производят одновременно в две склянки одинаковой емкости. Для этого на штуцер пробоотборной точки надевают каучуковую трубку, соединенную с тройником типа "гребенки". К последнему присоединяют две стеклянные трубки, которые опускают в пробоотборные склянки, установленные на дно ведра или специальной кружки, глубина которых должна на 7-I0 см превышать высоту склянок.

Издание официальное © ВТИ, 1993

Перед отбором проб все трубки должны быть промыты током анализируемой воды, причем для удаления из трубок воздуха целесообразно во время промывки несколько раз их поднимать. Истечение воды должно быть спокойным со скоростью 500-600 $см^3$/мин.

После того, как через склянки пройдет десятикратный объем анализируемой воды, не прекращая ее поступления, осторожно вынимают стеклянные трубочки из склянок и сразу же вводят реактивы.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания - 200 г.

Шкаф сушильный СНОЛ-3,5/3-М-2 У 4,2 или другой марки.

Бюретки без крана по ГОСТ 20292 вместимостью 25, 50 и 100 $см^3$.

Пипетки по ГОСТ 20292 вместимостью 1, 2, 3, 5 $см^3$.

Склянки с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336 вместимостью 300 $см^3$ и 500 $см^3$.

Колбы конические с пришлифованными пробками и без пробок по ГОСТ 25336 вместимостью 500 и 800 $см^3$.

Воронки простые конусообразные с коротким стеблем - по ГОСТ 25336.

Колбы мерные - по ГОСТ 1770 вместимостью 200, 250, 500 $см^3$.

Стаканы химические термостойкие с носиком - по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 200 $см^3$.

Цилиндры измерительные с носиком - по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 250 $см^3$.

Склянки кислородные с притертыми пробками вместимостью 100-120 $см^3$.

Марганец хлористый - по ГОСТ 6I2.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435.

Калий иодистый по ГОСТ 4232.

Калий иодноватокислый (иодат) по ГОСТ 4202.

Иод фиксанал по ТУ 6-09-2540.

Кислота серная - по ГОСТ 4204.

Кислота соляная - по ГОСТ 3II8.

Натрия гидроокись - по ГОСТ 4328.

Калия гидроокись - по ОСТ 6-0I-30I-74

Натрия тиосульфат, фиксанал - по ТУ 6-09-2540.

Индикатор метиловый оранжевый - по ТУ 6-09-4530.

Индикатор метиленовый голубой - по ТУ 6-09-29.

Глицерин - по ГОСТ 6259.

Вазелиновое масло

Спирт этиловый ректификованный технический - по ГОСТ I8300.

Д-глюкоза - по ГОСТ 6038 .

Цинк гранулированный

Ртуть азотнокислая, окисная - по ГОСТ 4520.

Калий-натрий виннокислый (сеньетова соль) - по ГОСТ 5845.

Аммиак водный - по ГОСТ 3760.

Кобальт хлористый - по ГОСТ 4525.

Медь сернокислая - по ГОСТ 4I65.

Железо хлорное - по ГОСТ 4I47.

Индигокармин - по ТУ 6-09-7I4 .

Крахмал - по ГОСТ I0I63.

Вода ·· щенная - по ОСТ 34-70-953.2.

Кислота сульфосалициловая - по ГОСТ 4478 с массовой долей 30%.

Натрий фтористый кристаллический - по ГОСТ 4463.

Индикатор ПАН по МРТУ 6-09-1074 с массовой долей 0,1%.

Индикатор "мурексид" - по ТУ 6-09-1040 с массовой долей 0,3%.

Кислота уксусная ледяная - по ГОСТ 61.

Трилон Б, фиксанал - по ТУ 6-09-2540.

Сафранин "Т".

3. ИОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТВОРЕННОГО КИСЛОРОДА

3.1. Сущность метода заключается в окислении кислородом в щелочной среде марганца двухвалентного до высших по степени окисления соединений марганца четырехвалентного и на способности последних в кислой среде выделять из иодистого калия свободный иод в количестве, соответствующем содержанию растворенного в воде кислорода.

Чувствительность метода - 50 мкг/дм^3.

3.2. Приготовление рабочих растворов

3.2.1. Раствор хлористого или сернокислого марганца 45 г $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ или 55 г $MnSO_4 \cdot 5H_2O$ растворяют в 100 см^3 очищенной воды. Раствор фильтруют через бумажный фильтр. Раствор устойчив. Хранят в склянке с притертой пробкой.

3.2.2. Щелочной раствор иодистого калия или натрия 36 г натрия или калия гидроокиси, 20 г иодистого калия и 0,05 г иодноватокислого калия растворяют в 100 см^3 очищенной воды. Хранят в склянке из темного стекла в течение 10 дней.

3.2.3. Раствор серной кислоты

Концентрированная серная кислота разбавляется очищенной водой в отношении I:I. Раствор устойчив. Хранят в склянке с притертой пробкой.

3.2.4. Раствор крахмала с массовой долей I%

Растворяют I г крахмала примерно в 20 $см^3$ очищенной воды и вливают эту суспензию в 80 $см^3$ кипящей очищенной воды. Раствор пригоден в течение двух суток.

3.2.5. Раствор иода концентрации $c\left(\frac{1}{2} J_2\right)$ = 0,I моль/$дм^3$ готовят из фиксанала, а затем разбавлением точно в I0 раз. Раствор иода концентрации $c\left(\frac{1}{2} J_2\right)$ = 0,0I моль/$дм^3$ готовят в день употребления.

3.2.6. Раствор тиосульфата натрия концентрации $c\left(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O\right)$ = 0,0I моль/$дм^3$

Сначала готовят раствор концентрации $c\left(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O\right)$ = = 0,I моль/$дм^3$ из фиксанала, а затем разбавлением этого раствора точно в I0 раз, непосредственно перед употреблением, получают раствор концентрации $c\left(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O\right)$ = 0,0I моль/$дм^3$. Раствор неустойчив.

3.3. Проведение анализа

В две склянки одинакового объема отбирают пробу как описано в п. I. Оставляя склянки под водой, в одну из склянок вводят I $см^3$ раствора соли марганца и I $см^3$ щелочного раствора иодистого калия. Во вторую склянку вводят 3 $см^3$ кислоты. Затем обе склянки плотно закрывают притертыми пробками, вынимают из воды и перемешивают содержимое каждой.

Ь первую склянку после оседания осадка приливают 3 см^3 кислоты, закрывают пробкой и перемешивают. Во вторую склянку добавляют I см^3 щелочного раствора иодистого калия и I см^3 раствора соли марганца, закрывают пробкой и перемешивают.

Затем в две одинаковые конические колбы вводят точно по 2 см^3 раствора иода концентрации $c(1/2\ J_2) = 0{,}01$ моль/дм^3 и все содержимое склянок переливают в эти колбы. Закрыв колбы часовыми стеклышками или притертыми пробками, оставляют их в темное месте на 5 мин, после чего титруют содержимое колб раствором тиосульфата натрия концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}01$ моль/дм^3 до светло-желтой окраски, после чего добавляют I см^3 раствора крахмала и продолжают титровать до полного обесцвечивания жидкости.

3.4. Обработка результатов

Концентрацию кислорода в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$O_2 = \frac{[(a_1 - a_2) \cdot 0{,}08 - 0{,}005] \cdot 1000}{V},$$

где a_1 - расход раствора тиосульфата на титрование объема жидкости в первой склянке, см^3;

a_2 - расход раствора тиосульфата на титрование объема жидкости во второй склянке, см^3;

0,08 - количество миллиграммов кислорода, соответствующее I см^3 раствора тиосульфата, концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}01$ моль/дм^3;

0,005 - поправка на содержание кислорода, растворенного в введенных реактивах (в I см^3 соли марганца и

I $см^3$ щелочного раствора иодистого калия);

V - объем пробы, взятый для анализа, $см^3$.

Суммарные погрешности результатов определения растворенного кислорода иодометрическим методом с доверительной вероятностью P = 0,95 указаны в табл. I.

Таблица I

Концентрация кислорода (O_2), $мкг/дм^3$	50	100	200
Суммарная погрешность определения, %	±40	±20	±10

4. ВИЗУАЛЬНО-КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОРОДА С ПРИМЕНЕНИЕМ ИНДИКАТОРА МЕТИЛЕНОВОГО ГОЛУБОГО

4.I. Сущность метода основана на свойстве метиленового голубого изменять окраску. Под действием восстановителей вещество превращается в бесцветную лейкоформу, при окислении вновь образуется синее окрашивание.

Чувствительность метода - 5,0 $мкг/дм^3$.

4.2. Приготовление рабочих растворов

4.2.I. Раствор метиленового голубого

В мерной колбе вместимостью 500 $см^3$ растворяют I25 мг индикатора и I,2 г глюкозы в 50 $см^3$ очищенной воды и доводят глицерином до метки. Реактив хорошо перемешивают и хранят в склянке темного стекла в месте, защищенном от прямого освещения солнеч-

ными лучами.

4.2.2. Раствор метиленового голубого с применением редуктора

В мерной колбе вместимостью 500 $см^3$ растворяют 125 мг метиленового голубого в 40 $см^3$ этилового спирта, добавляют 10 $см^3$ раствора концентрированного аммиака, 160 $см^3$ глицерина, доводят до метки очищенной водой, хорошо перемешивают и хранят в склянке темного стекла. Раствор устойчив в течение нескольких месяцев.

4.2.3. Щелочной водный раствор калия гидроокиси с массовой долей 30%

Растворяют 30 г калия гидроокиси в 70 $см^3$ очищенной воды. Раствор устойчив, хранят в полиэтиленовом сосуде.

4.2.4. Раствор серной кислоты с массовой долей 5%

Осторожно приливают 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты к 190 $см^3$ очищенной воды. Раствор устойчив, его хранят в склянке с притертой пробкой.

4.2.5. Раствор азотной кислоты с массовой долей 5%

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ отмеривают 55 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, доливают до метки очищенной водой, перемешивают. Раствор устойчив. Хранят в склянке с пришлифованной пробкой.

4.2.6. Раствор азотнокислой ртути с массовой долей 10%

Растворяют 20 г азотнокислой ртути в 100 $см^3$ очищенной воды, добавляют азотной кислоты с массовой долей 5% до полного растворения соли и доливают очищенной водой до общего объема 200 $см^3$. Раствор устойчив в течение месяца. Хранят в склянке

из темного стекла.

4.2.7. Восстановленный раствор метиленового голубого с жидким восстановителем

Смешивают 50 $см^3$ глицеринового раствора метиленового голубого, приготовленного по п. 4.2.I, с I $см^3$ раствора калия гидроокиси, приготовленного по п. 4.2.3. Раствор заливают в бюретку соответствующей емкости с подсоединенным к ней тонким, хорошо оттянутым стеклянным носиком. Раствор устойчив в течение 7 дней.

4.2.8. Редуктор с амальгамированным цинком

Редуктором может служить бюретка с притертым краном на конце. Для приготовления амальгамы цинка берут 50 г гранулированного цинка, помещают его в стакан и промывают раствором серной кислоты с массовой долей 5%. Затем слив кислоту, промывают очищенной водой и заливают раствором азотнокислой ртути, приготовленной по п. 4.2.6. Гранулы цинка перемешивают до образования на них блестящего слоя амальгамы. Полученный амальгамированный цинк промывают водой до нейтральной реакции. Приготовленный цинк пересыпают в бюретку-редуктор, заполненную водой; воду сливают, бюретку с цинком заполняют рабочим раствором метиленового голубого. Эту порцию сливают и снова заполняют этим же раствором. Для этого нижний конец бюретки опускают в стакан с раствором метиленового голубого и через верхнее отверстие бюретки, через подсоединенную трубочку, засасывают раствор в бюретку-редуктор. Если заполнять редуктор раствором сверху, то в нем остаются пузырьки воздуха, которые мешают определению. Восстановление реактива до лейкосоединения проходит в течение двух часов. С течением времени процесс амальгамирования замедляется, поэтому периодически (через IO-I5 дней) производят переамальга-

мирование цинка.

4.3. Приготовление стандартного раствора метиленового голубого

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ вводят 4,7 $см^3$ глицеринового приготовленного (по п. 4.2.I) или спиртовоглицеринового (по п. 4.2.2) раствора метиленового голубого и доводят до метки очищенной водой. Полученный синий раствор по интенсивности окраски соответствует концентрации кислорода I00 $мкг/дм^3$.

4.4. Проведение анализа

4.4.I. В пробу воды, отобранную по п. I, если температура жидкости не превышает 25°С, быстро вводят в пробоотборную склянку щелочно-глицериновый восстановленный раствор метиленового голубого. Если же температура отобранной пробы воды превышает 25°С, то пользуются редуктором, заполненным амальгамированным цинком. Для этого вначале из бюретки или бюретки-редуктора выливают примерно I $см^3$ восстановленного раствора, а затем быстро погрузив конец бюретки или бюретки-редуктора на 7I0 мм в горлышко пробоотборной склянки, приоткрыв кран, отмеривают 2,5 $см^3$ раствора, приготовленного по п. 4.2.7 или п. 4.2.2. Под водой склянку плотно закрывают притертой пробкой, вынимают из воды, перемешивают и через I-2 мин сравнивают окраску пробы с окрасками растворов стандартной шкалы, приведенной в табл.2.

4.5. Приготовление шкалы стандартов

Шкалу стандартов готовят разбавлением стандартного раствора метиленового голубого, содержащего 100 мкг/дм^3 O_2. Для этого в семь мерных колб вместимостью 200 см^3 отмеривают 5, 10, 20, 30, 40, 60, 100 см^3 стандартного раствора метиленового голубого, в восьмую колбу стандартный раствор не вводят, все колбы доливают очищенной водой до метки. Перемешав растворы, переливают их в склянки и закрывают пробками.

Таблица 2

Объемы стандартного раствора метиленового голубого, см^3, отмеренные в колбы, вместимостью 200 см^3	Окраска, отвечающая содержанию кислорода, мкг/дм^3
0	0
5	2,5
10	5
20	10
30	15
40	20
60	30
100	50

Шкала устойчива в течение 10 суток при хранении ее в темном месте.

5. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТВОРЕННОГО КИСЛОРОДА С ПРИМЕНЕНИЕМ САФРАНИНА "Т"

5.I. Сущность метода основана на окислении бесцветного восстановленного раствора сафранина "Т" растворенным в воде кислородом с образованием окрашенной в розовый цвет окисленной формы сафранина "Т".

Чувствительность метода I мкг/дм^3.

5.2. Приготовление рабочих растворов

5.2.I. Раствор серной кислоты с массовой долей 5% в п. 4.2.4

5.2.2. Раствор соляной кислоты концентрации $c(HCl)$= = 0,I моль/дм^3 готовят из фиксанала по прилагаемой к нему инструкции, а раствор соляной кислоты концентрации $c(HCl)$= 0,00I моль/дм^3 готовят точным разбавлением в I00 раз, приготовленной из фиксанала. Растворы устойчивы. Хранят в склянке с притертой пробкой.

5.2.3. Растворитель

Смешивают I00 см^3 глицерина и I50 см^3 этилового спирта. Раствор устойчив. Хранят в склянке с пробкой.

5.2.4. Аммиачный раствор сегнетовой соли

Растворяют 35 г сегнетовой соли в 200 см^3 очищенной воды, добавляют 650 см^3 водного раствора аммиака с массовой долей 20% и доводят до I000 см^3 очищенной водой. Раствор устойчив при хранении в холодильнике.

5.2.5. Водный раствор аммиака с массовой долей 20%

В химический стакан вместимостью 500 $см^3$ отмеривают 400 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25% и доводят до 500 $см^3$ очищенной водой.

Раствор устойчив, его хранят в полиэтиленовом сосуде.

5.3. Приготовление основного и стандартного растворов

5.3.1. Основной раствор сафранина "Т"

В мерной колбе вместимостью 250 $см^3$ растворяют в растворе соляной кислоты концентрации $c(HCl)$ = 0,001 моль/$дм^3$ 1 г сафранина "Т", высушенного в сушильном шкафу при температуре 105°С до постоянного веса. Объем доливают до метки той же кислотой и перемешивают.

Раствор устойчив, его хранят в склянке с притертой пробкой.

5.3.2. Раствор сафранина "Т" для редуктора

Смешивают 50 $см^3$ основного раствора, 100 $см^3$ растворителя (п. 5.2.3) и 50 $см^3$ аммиачного раствора сеньетовой соли (п. 5.2.4). Смесь тщательно перемешивают.

Раствор устойчив, его хранят в склянке темного стекла.

5.3.3. Стандартный раствор сафранина "Т"

Растворяют 0,1064 г, высушенного при 105°С сафранина "Т", в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$ соляной кислоты концентрации $c(HCl)$ = 0,001 моль/$дм^3$. Полученный раствор разбавляют точно в 10 раз такой же соляной кислотой; 1 $см^3$ такого раствора по интенсивности окраски соответствует 1 мкг O_2.

5.4. Проведение анализа

Перед проведением анализа готовят редуктор по п. 4.2.8, но амальгамированный цинк заполняют раствором сафранина "Т" по п. 5.3.2. После отбора пробы по п. I. в пробоотборную склянку вводят I $см^3$ лейкосафранина "Т". Для этого из бюретки спускают 0,5-I,0 $см^3$ раствора, быстро погружают конец редуктора в горлышко пробоотборной склянки на глубину 7-I0 мм и, приоткрыв кран, отмеривают I $см^3$ раствора лейкосоединения. Под водой склянку плотно закрывают, вынимают из ведерка, перемешивают и через 5 мин сравнивают ее окраску с окрасками растворов стандартной шкалы.

5.5. Приготовление шкалы стандартов

В мерные колбы вместимостью 250 $см^3$ вводят стандартный раствор сафранина "Т" (п. 5.3.3), растворитель (по п. 5.2.3) и раствор соляной кислоты концентрации $c(HCl)$ = 0,00I моль/$дм^3$ в соотношениях, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Концентрация кислорода (O_2) мкг/$дм^3$	Объем стандартного раствора сафранина "Т", $см^3$	Объем растворителя, $см^3$	Объем 0,00I моль/$дм^3$ раствора соляной кислоты, $см^3$
2,0	0,5	4,0	245,5
4,0	I,0	4,0	245,0
8,0	2,0	4,0	244,0
I0,0	2,5	4,0	243,5
I5,0	3,8	4,0	242,2
20,0	5,0	4,0	24I,0
30,0	7,5	4,0	238,5

6. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОНЦЕНТРАЦИЙ КИСЛОРОДА С ИНДИГОКАРМИНОМ

6.1. Сущность метода основана на связывании в воде кислорода восстановленной формой индигокармина и на сравнении окраски образующего раствора со шкалой стандартов.

Чувствительность метода- 10 мкг/дм^3.

6.2. Приготовление рабочих растворов

6.2.1. Глицериновый раствор индигокармина с глюкозой

Взвешивают 0,180 г предварительно подсушенного при температуре 60°С и растертого в ступке до тонкого порошка индигокармина и 2 г глюкозы. Обе навески растворяют в 50 см^3 очищенной воды. После растворения добавляют 750 см^3 глицерина. Раствор тщательно перемешивают.

Раствор устойчив, его хранят в темном месте.

6.2.2. Раствор калия гидроокиси с массовой долей 37,5%

Растворяют 37,5 г калия гидроокиси в 62,5 см^3 очищенной воды.

Раствор устойчив, его хранят в полиэтиленовом сосуде.

6.2.3. Раствор лейкоиндигокармина

В небольшую склянку вводят 30 см^3 раствора индигокармина (по п. 6.2.1) и 20 см^3 раствора гидроокиси калия (по п.6.2.2), тщательно перемешивают, заливают в бюретку-редуктор и оставляют до перехода цвета от темно-красного в лимонно-желтый.

В зависимости от температуры пробы на восстановление тре-

буется от 40 мин до 2 ч.

Раствор пригоден в течение суток.

6.3. Приготовление растворов имитаторов для шкалы стандартов

6.3.1. Раствор хлорного железа

Растворяют 45,06 г $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ в химическом стакане в 250-300 см^3 раствором соляной кислоты с массовой долей 1% и фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Раствор доливают до метки той же соляной кислотой и перемешивают.

Содержание железа в приготовленном растворе определяют объемным трилонометрическим методом. Для этого в коническую колбу вводят 1 см^3 раствора хлорного железа, доливают до 100 см^3 очищенной водой и вводят 5 см^3 раствора соляной кислоты концентрации $c(HCl)$ = 1 моль/дм^3. pH раствора должно быть 1-2. Раствор нагревают до температуры 70°С, прибавляют 0,5 см^3 сульфосалициловой кислоты и титруют раствором трилона Б концентрации $c(\frac{1}{2}Na\text{-}ЭДТА)$ = 0,05 моль/дм^3 до перехода окраски от темно-вишневого цвета в лимонно-желтый.

Расчет концентрации (С) хлорного железа в граммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(C_{FeCl_3}) = \frac{a \cdot K \cdot 13,516 \cdot 1000}{1000 \cdot V} = \frac{a \cdot K \cdot 13,516}{V},$$

где a – расход раствора трилона Б на титрование, см^3;

K – коэффициент раствора трилона Б концентрации $c(\frac{1}{2}Na\text{-}ЭДТА)$ = 0,05 моль/дм^3;

13,516 – количество миллиграммов $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, которому

соответствует I см³ трилона Б;

V - объем раствора хлорного железа, взятого на титрование, см³.

6.3.2. Раствор сернокислой меди

Растворяют 62,45 г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ в химическом стакане вместимостью 250-300 см³ в растворе соляной кислоты с массовой долей I% и фильтруют в мерную колбу на I000 см³. Раствор доливают до метки той же соляной кислотой и перемешивают. Концентрацию меди проверяют трилонометрическим методом с индикатором "ПаН".

Для этого в коническую колбу вводят I см³ приготовленного раствора сернокислой меди, доливают очищенной водой, объем до I00 см³, прибавляют 2 см³ ледяной уксусной кислоты, 4-5 капель раствора индикатора "ПаН", с массовой долей 0,I%, нагревают до 40-45°С и титруют раствором трилона Б концентрации $c(Cu\text{-}Na\text{-}EDTA)$ = 0,05 моль/дм³ до перехода красно-фиолетовой окраски в желто-зеленую.

Расчет концентрации сернокислой меди в граммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(C_{CuSO_4}) = \frac{a \cdot K \cdot 12{,}484}{V},$$

где a - расход раствора трилона Б на титрование, см³;

К - коэффициент раствора трилона Б концентрации $c(Cu\text{-}Na\text{-}EDTA)$ = 0,05 моль/дм³;

I2,484 - количество миллиграммов $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, которому соответствует I см³ трилона Б;

V - объем раствора сернокислой меди, взятого на титрование, см³.

6.3.3. Раствор хлористого кобальта

Растворяют 59,29 г $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ в химическом стакане в 250-300 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей I%. Раствор фильтруют в мерную колбу на I000 см^3 и доливают до метки той же соляной кислотой, хорошо перемешивают. Для проверки концентрации кобальта в коническую колбу вместимостью 50-I00 см^3 вводят I см^3 приготовленного раствора кобальта (воды не добавляют), 5 см^3 аммиачного буферного раствора, 4-6 капель раствора мурексида с массовой долей 0,3% или крупинку сухого мурексида и титруют раствором трилона Б концентрации $c(дн\text{-}Na\text{-}ЭДТА)$ = 0,05 моль/дм^3 до перехода желтой окраски в красно-фиолетовую.

Расчет концентрации хлористого кобальта в граммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(C_{CoCl_2}) = \frac{a \cdot K \cdot 11,896}{V},$$

где a - расход раствора трилона Б на титрование, см^3;

K - коэффициент раствора трилона Б концентрации $c(дн\text{-}Na\text{-}ЭДТА)$ = 0,05 моль/дм^3;

II,896 - количество миллиграммов хлористого кобальта $CoCl_2 \cdot 6H_2O$, которому соответствует I см^3 трилона Б;

V - объем раствора хлористого кобальта, взятого на титрование, см^3.

Все приготовленные растворы имитаторов для шкалы стандартов устойчивы в течение 4-5 мес. при хранении в темном месте.

6.4. Приготовление шкалы стандартов

Для приготовления шкалы стандартов в мерные колбы вместимостью 250 $см^3$ отмеривают указанные в табл. 4 дозировки растворов. Затем добавляют 2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доливают до метки очищенной водой и перемешивают. Из мерных колб растворы переливают в склянки с притертыми пробками, в каких проводится определение кислорода.

Таблица 4

№№ стандартов	Соответствующая концентрация мкг/$дм^3$	Дозировки растворов при поправочном коэффициенте I на объем 250 $см^3$			Цвет эталонного раствора
		Раствор хлорного железа ($FeCl_3$), $см^3$	Раствор хлористого кобальта ($CoCl_2$), $см^3$	Раствор сернокислой меди ($CuSO_4$), $см^3$	
I	0	29,I4	0,62	0	светло-желтый
2	I0	I0,43	5,2I	0	желто-оранжевый
3	I5	8,32	7,82	0	оранжевый
4	20	4,66	I0,65	0	оранжево-розовый
5	30	2,89	I2,43	0	розово-красный
6	40	2,00	I3,I0	I,77	пурпурно-красный
7	60	0,88	I8,42	I4,0	красновато-пурпурный
8	80	0,22	24,42	22,2	пурпурный
9	I00	0,0	24,86	37,74	пурпурно-синий
I0	I20	0,0	I8,87	45,54	пурпурно-синий
II	I40	0,0	I0,00	53,34	сине-лиловый

Поправочные коэффициенты растворов стандартов K_{FeCl_3}, K_{CuSO_4}, K_{CoCl_2} вычисляют делением точно определенной концентрации (С) в граммах на кубический дециметр по п. 6.3.I на соответствующие навески

$$K_{FeCl_3} = \frac{(C_{FeCl_3})}{45,05}; \qquad K_{CuSO_4} = \frac{(C_{CuSO_4})}{62,45}; \qquad K_{CoCl_2} = \frac{(C_{CoCl_2})}{59,24};$$

Перерасчет дозировки растворов производят делением количества растворов, указанных в табл. 4, на соответствующие поправочные коэффициенты.

Шкала устойчива в течение месяца.

6.5. П р о в е д е н и е а н а л и з а

В пробу, отобранную по п. I, осторожно под водой вводят раствор лейкоиндигокармина. Для этого из бюретки-редуктора сливают 0,5-I,0 $см^3$ раствора, быстро погружают конец редуктора в горлышко пробоотборной склянки на глубину 7-I0 мм и, приоткрыв кран, отмеривают 2,5 $см^3$ раствора лейкоиндигокармина. Под водой склянку плотно закрывают, вынимают из ведерка, перемешивают содержимое и сравнивают окраску пробы со шкалой стандартов (табл. 4).

Сравнение окраски проб со стандартными растворами проводят при дневном освещении или при лампе дневного света. Сравнение при электрическом освещении с обычными лампами искажает результаты определения. На результаты анализа оказывает влияние присутствие в воде железа. Это влияние устраняется добавлением 0,I г фтористого натрия в I00 $см^3$ лейкосоединения.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Суммарная погрешность при визуально-колориметрических методах составляет ±I5%.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

I. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Минтопэнерго РФ от 30.II.92 № I89а

2. ИСПОЛНИТЕЛИ Ю.М.Кострикин, д.т.н., Н.М.Калинина, О.М.Штерн, С.Ю.Петрова, Г.К.Корицкий, Л.Н.Федешева (ВТИ)

3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН в Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 8437260 от 28.I2.92

4. Срок первой проверки - I998 г., периодичность проверки - 5 лет

5. ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М.: СПО Союзтехэнерго, I979) в части определения растворенного кислорода (разделы 26, 27)

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисление приложений
ГОСТ 6I-75	2
ГОСТ 435-77	2
ГОСТ 6I2-75	2
ГОСТ I770-74	2
ГОСТ 3II8-77	2
ГОСТ 3760-79	2
ГОСТ 4I47-74	2
ГОСТ 4I65-78	2
ГОСТ 4202-75	2
ГОСТ 4204-77	2
ГОСТ 4232-74	2

Обозначение НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисление приложений
ГОСТ 4328-77	2
ГОСТ 4463-76	2
ГОСТ 4478-78	2
ГОСТ 4520-78	2
ГОСТ 4525-77	2
ГОСТ 5845-79	2
ГОСТ 6038-79	2
ГОСТ 10163-76	2
ГОСТ 18300-87	2
ГОСТ 20292-74	2
ГОСТ 24104-88	2
ГОСТ 25336-82	2
ОСТ 6-01-301-74 (ос.ч. 18)	2
ОСТ 34-70-953.1-88	1
ОСТ 34-70-953.2-88	2
ТУ 6-09-29-76	2
ТУ 6-09-714-71	2
ТУ 6-09-1040-71	2
ТУ 6-09-2540-87	2
ТУ 6-09-4530-77	2

Печ. л. 3,25. Тираж 1000 экз. Заказ № 111

gost.e-ecolog.ru