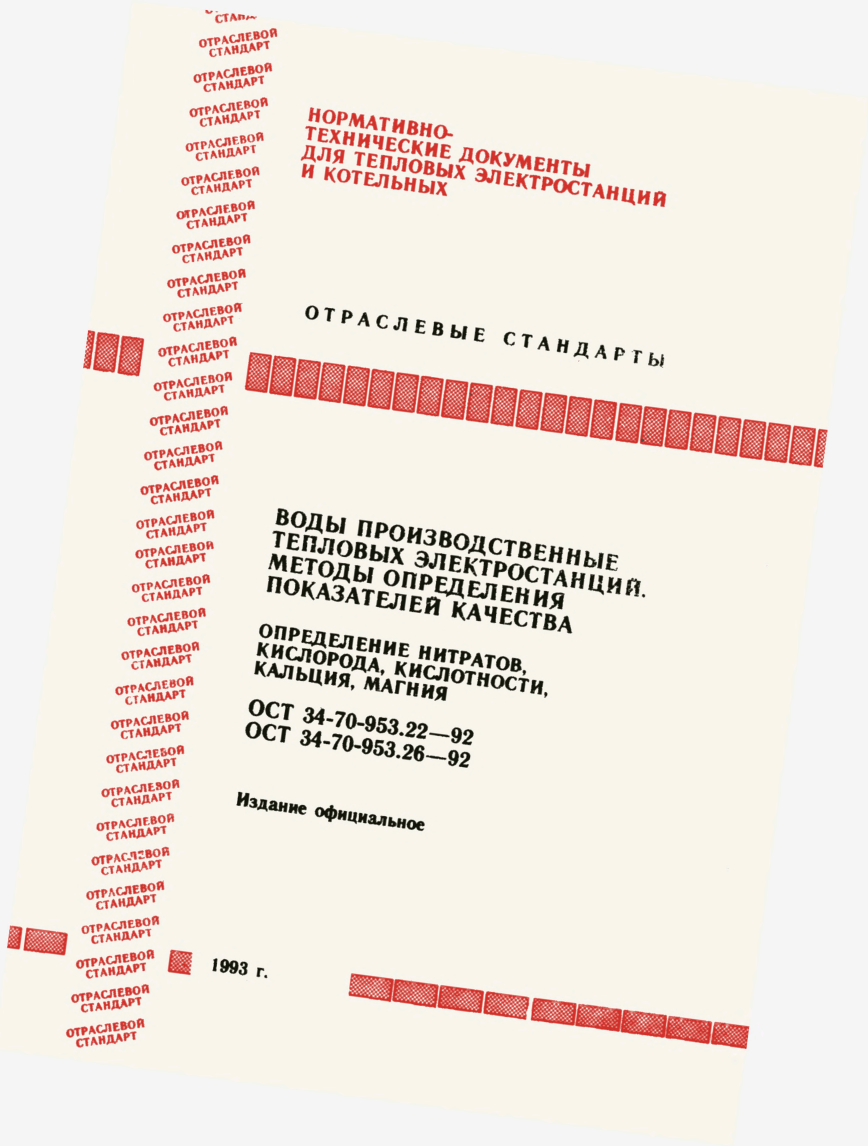

gost.e-ecolog.ru

УДК 628.I.034:546.I75.06 Группа Л09

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. Метод определения нитратов

ОСТ 34-70-953.22-92

ОКСТУ 0I09

Дата введения 0I.07.93

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает фотометрический метод определения нитратов (NO_3) в питательной и котловой водах барабанных котлов.

Сущность метода состоит во взаимодействии салициловой кислоты в присутствии концентрированной серной с нитратами, при этом образуется нитросалициловая кислота, щелочные растворы которой окрашены в желтый цвет.

Чувствительность метода - 5 мкг нитратов в пробе.

Метод может быть использован при анализе производственных вод атомных электростанций.

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.I-88.

Издание официальное © ВТИ, 1993

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотоколориметр типа КФК-2 или аналогичного типа с набором кювет толщиной поглощающего свет слоя до 100 мм или спектрофотометр.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 II класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Водяная баня.

Чашки фарфоровые вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 9147.

Колбы мерные - по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 $см^3$.

Колбы конические - по ГОСТ 25336 вместимостью 250 $см^3$.

Пипетки - по ГОСТ 20292 вместимостью 5, 10, 25 и 50 $см^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммиак водный по ГОСТ 3760. Раствор с массовой долей 10% и 25%.

Кислота салициловая.

Натрий салицилово-кислый.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Серебро сернокислое с массовой долей 0,5%.

Алюминий сернокислый по ГОСТ 3758 с массовой долей 15%.

Вода очищенная по ГОСТ 34-70-953.2.

Стеклянные палочки.

3. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

3.1. Если анализируемая проба содержит более 0,5 $мг/дм^3$ хлоридов, ее предварительно обрабатывают, осаждая хлориды сульфатом серебра.

Мутные и окрашенные воды осветляют, прибавляя к пробе 1,0-1,5 $см^3$ раствора сульфата алюминия с массовой долей 15%, после перемешивания по каплям прибавляют раствор аммиака с массовой долей 10% до pH = 6,0 по pH-метру.

Если воды мутные и содержат хлориды, обработку начинают с осаждения хлоридов.

4. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

4.1. Приготовление рабочих растворов

4.1.1. Для приготовления салицилового реактива в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ отвешивают 10 г натрия салицилово-кислого и 1 г салициловой кислоты, растворяют в очищенной воде, после растворения доливают колбу до метки и перемешивают. Раствор устойчив. Хранят в склянке с пробкой.

4.1.2. Раствор сернокислого серебра с массовой долей 0,5%. Растворяют 0,5 г сернокислого серебра в 100 $см^3$ очищенной воды. Раствор хранят в темной склянке и в темном месте.

4.1.3. Раствор сернокислого алюминия с массовой долей 15%. Растворяют 15 г $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ в 85 $см^3$ очищенной воды. Раствор устойчив. Хранят в склянке с притертой пробкой.

4.1.4. Раствор аммиака с массовой долей 10% готовят разбавлением аммиака с массовой долей 25% в 2,5 раза. Раствор устойчив. Хранят в стеклянном или полиэтиленовом сосуде.

4.2. Приготовление стандартного раствора

4.2.I. Для приготовления стандартного раствора, содержащего I00 мг/дм^3, в мерную колбу вместимостью I000 см^3 отвешивают 0,I630 г азотнокислого калия, предварительно высушенного до постоянного веса при температуре I05-II0^{0}С, и растворяют в небольшом количестве очищенной воды, затем объем колбы доливают той же водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив.

4.3. Построение градуировочного графика

В несколько фарфоровых чашек отмеривают I, 2, 5 и I0 см^3 стандартного раствора, содержащего I00 мкг/см^3 NO_3, что соответствует I00, 200, 500 и I000 мкг NO_3. В одну чашку стандартный раствор не отмеривают. Затем в чашки добавляют по I см^3 салицилового раствора и на водяной бане выпаривают жидкость досуха. После охлаждения в каждую чашку вводят по I см^3 концентрированной серной кислоты, растирая осадок с кислотой стеклянными палочками, добиваясь полного смачивания кислотой всех участков чашки, где находился раствор. Через I0 мин содержимое чашек разбавляют очищенной водой примерно до 5-7 см^3, приливают по I0 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25%, хорошо перемешивают при помощи тех же стеклянных палочек и переливают жидкости, которые должны резко пахнуть аммиаком, в мерные колбы, вместимостью по 50 см^3. Чашки обмывают очищенной водой, которую сливают в те же колбы. Затем объемы колб доливают до меток очищенной водой, тщательно перемешивают и измеряют оптические плотности ($A_к$ и A) окрашен-

ных растворов со светофильтрами с областью светопропускания 400 нм в кюветах 50 мм. Сравнение ведут с дистиллированной водой.

Для каждой концентрации готовят три-четыре параллельных пробы. Результаты используют для вычисления среднего арифметического, если расхождения между ними не превышают 0,02 по шкале оптической плотности. Для построения градуировочного графика откладывают по оси абсцисс введенные количества нитратов (мкг), а по оси ординат - отвечающие им показания оптических плотностей (А) минус контрольные значения, т.е. ($A-A_К$). По полученным точкам проводят прямую по методу наименьших квадратов (приложение I) ОСТ 34-70-953.3.

Допускается вычисление результатов с помощью множителя, который является средним арифметическим значением величин, определенных по формуле

$$K = \frac{C}{A - A_к},$$

где С - содержание нитратов, мкг, в пробе;

А - соответствующая этому количеству оптическая плотность;

$A_К$ - среднеарифметическое значение оптической плотности контрольных растворов.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Если в анализируемой воде содержатся мешающие примеси, то ее обрабатывают по п. 3.I, а после этого выполняют определение нитратов. Для этого в фарфоровую чашку отбирают от I0 до 250 $см^3$ пробы в зависимости от содержания нитратов, приливают I $см^3$ салицилового раствора и выпаривают на водяной бане досуха. Затем осадок смачивают I $см^3$ концентрированной серной

кислоты, тщательно растирая с ней осадок. После охлаждения разбавляют очищенной водой до 5-7 $см^3$, приливают 10 $см^3$ аммиака с массовой долей 25%, жидкость переливают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доливают до метки очищенной водой, хорошо перемешивают и измеряют оптическую плотность (A_x) окрашенного раствора со светофильтрами с областью светопропускания 400 нм в кюветах 50 мм, сравнивая с дистиллированной водой.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Пользуясь градуировочным графиком, находят содержание нитраторов в колориметрируемой пробе. Для этого из оптической плотности раствора пробы (A_x) вычитают оптическую плотность контрольного раствора ($A_к$). Полученную разность $(A_x - A_к)$ находят по оси ординат и по ней содержание нитратов (C_p) в пробе.

Концентрацию нитратов (NO_3) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(NO_3) = \frac{C_p}{V}$$

где C_p - содержание нитратов в пробе, мкг;

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

Суммарная погрешность результата определения нитратов с доверительной вероятностью P = 0,95 указана в таблице.

Содержание нитратов (NO_3) в пробе, мкг	10	50	100	500
Суммарная погрешность определения, %	15	10	9	7

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, В.В.Шведова, Г.К.Корицкий, Л.Н.Федешева (ВТИ)

3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН в Центральном государственном фонде стандартов и технический условий за № 8437255 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 нитратов (раздел 23)

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисление приложений
ГОСТ I770-74	2
ГОСТ 3758-89	2
ГОСТ 3760-73	2
ГОСТ 4204-77	2
ГОСТ 42I7-77	2
ГОСТ 9I47-80	2
ГОСТ 2292-74	2
ГОСТ 24I04-88	2
ГОСТ 25336-82	2
ОСТ 34-70-953.I-88	I
ОСТ 34-70-953.2-88	2

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

gost.e-ecolog.ru