ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ И КОТЕЛЬНЫХ

ОТРАСЛЕВЫЕ СТАНДАРТЫ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА

Определение взвешенных веществ, сухого и прокаленного остатка, цинка, хлоридов, нитритов, нефтепродуктов

ОСТ 34-70-953.13—90 ÷ ОСТ 34-70-953.18—90

Издание официальное

Москва 1993

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.182.1:154 Л 09

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.

ОСТ 34-70-953.17—90

Метод определения нитритов

ОКСТУ 0109

Дата введения 01.01.93

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

Сущность метода состоит в измерении оптической плотности окрашенного соединения, образующегося при взаимодействии нитритов в слабокислой среде с сульфаниловой кислотой и α-нафтиламином.

Чувствительность метода — 0,5 мкг нитритов в пробе.

Метод может быть использован при анализе производственных вод атомных электростанций.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб по ОСТ 34-70-953.1—88.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотоколориметр типа КФК-2 или аналогичного типа с набором кювет, толщиной поглощающего свет слоя до 50 мм и набором светофильтров или спектрофотометр;

весы лабораторные общего назначения II класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88;

бюретки для титрования вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 20292—74;

пипетки измерительные градуированные и без промежуточных делений на 1, 2, 5, 10, 25, 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 20292—74;

колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

колбы конические с пришлифованными пробками вместимостью 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;
баня водяная;
кислота сульфаниловая ч.д.а. по ГОСТ 5821—78;
кислота уксусная х.ч. по ГОСТ 61—75;
α-нафтиламин ч.д.а. по ГОСТ 8827—74;
кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204—77;
реактив Грисса ч.д.а. по ТУ 6-09-3569—74;
калий марганцово-кислый фиксанал по ТУ 6-09-2540—72;
натрий азотисто-кислый х.ч. по ГОСТ 4168—79;
вода очищенная по ОСТ 34-70-953.2—88.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

3.1. *Приготовление рабочих растворов*

3.1.1. Калий марганцово-кислый, раствор концентрации с $(1/5\ KMnO_4)=0{,}1$ моль/$дм^3$ (0,1Н) готовят из фиксанала по инструкции, приложенной к набору фиксаналов. Раствор устойчив при хранении его в склянке темного стекла.

3.1.2. Уксусная кислота с массовой долей 10%

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ отмеривают 98 $см^3$ концентрированной кислоты, доливают до метки очищенной водой и перемешивают. Раствор устойчив. Хранят в склянке с хорошо пришлифованной пробкой.

3.1.3. Реактив Грисса с массовой долей 10%, водный раствор

При отсутствии готового реактива Грисса взвешивают 0,25 г α-нафтиламина и 0,55 г сульфаниловой кислоты. Каждую навеску растворяют в 150 $см^3$ раствора уксусной кислоты с массовой долей 10%. Растворы хранят отдельно, смешивая их равные объемы перед употреблением, или сразу же после приготовления смешивают оба раствора.

Реактив хранят в сосуде темного стекла с хорошо пришлифованной пробкой в холодильнике. Приобретение розового цвета не является причиной для бракования реактива, так как при анализах применяют нулевые пробы для сравнения окрасок.

3.2. *Приготовление основного и стандартного растворов*

3.2.1. Раствор нитрита натрия ($NaNO_2$). 1,5 г высушенного при 110—115 °С нитрита натрия растворяют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки очищенной водой, раствор хорошо перемешивают и переливают в склянку с хорошо закрывающейся пробкой. Точную концентрацию устанавливают по п.3.2.2. Разбавлением этого основного раствора приготавливают стандартный раствор концентрации 1 мг/кг NO_2. Устанавливают точную

концентрацию основного раствора каждый раз перед приготовлением стандартного раствора.

3.2.2. В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают 5 или 7 $см^3$ раствора перманганата калия концентрации с $(1/5\ KMnO_4)=0{,}1$ моль/$дм^3$ (0,1 Н), приливают 20 $см^3$ серной кислоты, разбавленной очищенной водой в отношении 1:4, и 150—200 $см^3$ очищенной воды. Смесь нагревают до 40—50 °С и титруют основным раствором нитрита натрия, прибавляя его по каплям при интенсивном перемешивании. Титрование ведут до полного обесцвечивания раствора перманганата калия. Последние капли надо добавлять особенно осторожно во избежание перетитровывания. Концентрацию нитрита натрия ($C_{NO_2^-}$), в миллиграммах на килограмм, вычисляют по формуле:

$$C_{NO_2^-}=\frac{V\cdot K\cdot 2{,}3}{a}\cdot 10^3,$$

где а — объем основного раствора нитрита натрия, израсходованный на титрование, $см^3$; V — объем раствора перманганата калия концентрации с $(1/5\ KMnO_4)=0{,}1$ моль/$дм^3$) (0,1 Н), взятый для определения, $см^3$; К — поправочный коэффициент раствора перманганата; 2,3 — десятая доля молярной массы эквивалента в реакции окисления перманганатом.

3.2.3. Для приготовления стандартного раствора концентрации 1 мг/кг NO_2^- необходимо двукратное разбавление. Отобрав пипеткой точно 10 $см^3$ основного раствора, в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ доливают очищенную воду до метки и тщательно перемешивают. Полученный промежуточный раствор содержит в килограмме $0{,}01\cdot C_{NO_2^-}$ мг иона нитрита. Отмеривают его (X) $см^3$ в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают до метки очищенной водой и перемешивают. Значение (X) получают по формуле

$$X=\frac{250}{0{,}01\cdot C_{NO_2^-}}.$$

Приготовленный стандартный и промежуточный растворы нустойчивы, ими можно пользоваться только в день приготовления.

3.3. *Построение градуировочного графика*

В шесть мерных колб вместимостью 50 $см^3$ вносят 1, 2, 5, 7, 10 и 15 $см^3$ стандартного раствора нитритов концентрации 1 мг/кг NO_2^-. Очищенной водой доливают объемы в каждой колбе примерно до 40 $см^3$, вводят по 1 $см^3$ реактива Грисса и опускают колбы на

1—2 мин в кипящую водяную баню. Вынув колбы, дают им остыть, доливают очищенной водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенных растворов (А) на фотоколориметре в кюветах толщиной поглощающего свет слоя 30—50 мм, применяя светофильтр областью светопропускания 540 нм. В качестве раствора сравнения применяют очищенную воду с введением 1 $см^3$ реактива Грисса, проведенную через все операции.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают концентрации введенного нитрита (мкг), а по оси ординат соответствующие им значения оптических плотностей (А). По точкам проводят прямую по методу наименьших квадратов — по ОСТ 34-70-953.3-88. Выполняют не менее 3 параллельных определений для каждой концентрации.

Допускается вычисление результатов анализа с помощью множителя (К), определяемого по формуле

$$K = \frac{m}{A},$$

где m — масса нитритов в пробе (мкг); А — значение оптической плотности, соответствующее этой массе.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вливают отмеренный объем анализируемой воды не более 40 $см^3$, доливают очищенной водой до 40 $см^3$, приливают 1 $см^3$ реактива Грисса и, перемешав жидкость, опускают колбу в кипящую баню на 1—2 мин. Затем, вынув колбу, дают содержимому остыть, доливают очищенной водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенной жидкости (A_x), как описано при построении градуировочного графика (п.3.3).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

По градуировочному графику находят массу нитритов в анализируемой пробе. Полученную оптическую плотность раствора пробы (A_x) находят по оси ординат и по ней концентрацию нитритов (m) в пробе.

Концентрацию нитритов (NO_2^-) в анализируемой воде в миллиграммах на килограмм, вычисляют по формуле

$$(NO_2^-)=\frac{m}{V},$$

где m — масса нитритов в анализируемой пробе, мкг, найденная по градуировочному графику; V — объем анализируемой воды, отобранной для анализа, $см^3$,

или по формуле $m=к \cdot A_x$ по п.3.3.

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

Масса нитритов в пробе, мкг	0,5	1,0	2,0	5,0	7,0	10,0
Суммарная погрешность, %	±25	±15	±10	±5	±4	±3

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ Министерства энергетики и электрификации СССР от 02.10.90 № 164а

2. ИСПОЛНИТЕЛИ: Ю.М.Костикин, докт.техн.наук: **Н.М.Калинина; О.М.Штерн; С.Ю.Петрова; В.В.Шведова, Г.К.Корицкий; Л.Н.Федешева** (ВТИ им.Ф.Э.Дзержинского)

3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН В Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 8434317 от 01.04.91

4. Срок первой проверки — 1996 г., периодичность проверки — 5 лет.

5. ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М.: СПО Союзтехэнерго, 1979) в части определения нитритов (раздел 22)

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначения НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисление приложений
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 4168—79	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 5821—78	2
ГОСТ 8827—74	2
ГОСТ 20292—74	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ОСТ 34-70-953.1—88	1
ОСТ 34-70-953.2—88	2
ОСТ 34-70-953.3—88	3.3
ТУ 6-09-2540—72	2
ТУ 6-09-3569—74	2

© ВТИ им. Ф.Э.Дзержинского

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ
ОСТ 34-70-953.17—90

Номер изменения	Номер листа (страницы)				Номер документа	Подпись	Дата	Срок введения изменений
	измененного	замененного	нового	аннулированного				

СОДЕРЖАНИЕ

1.ОСТ 34-70-953.13—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения взвешенных веществ	1
2.ОСТ 34-70-953.14—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения сухого и прокаленного остатка	8
3.ОСТ 34-70-953.15—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения цинка .	14
4.ОСТ 34-70-953.16—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения хлоридов	20
5.ОСТ 34-70-953.17—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения нитритов	29
6.ОСТ 34-70-953.18—90	Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения нефтепродуктов	36

Технический редактор *И.Р.Шанто*
Корректор *Н.Н.Клюева*

Подписано в печать 2.04.91. Формат 60×90¹/₁₆. Печать офсетная.
Усл.печ.л. 3,0. Тираж 1120 экз. Заказ № 119.

ПМБ ВТИ им. Ф.Э. Дзержинского.
109280, Москва, ул. Автозаводская, 14/23

УТВЕРЖДАЮ
Первый вице-президент
РАО "ЕЭС России"
_____ В.В.Кудрявый
"26" 03 1996 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № I ССТ 34-70-953.17-90. Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения нитритов

Дата введения 01.07.96

Пункт 2. Заменить ссылки: ГОСТ 20292-74 на ГОСТ 29251-91, ТУ 6-09-2540-72 на ТУ 6-09-2540-87; исключить ссылку на ГОСТ 8827-74;

дополнить новым абзацем:

"Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем документе".

Пункт 5. После таблицы дополнить новыми абзацами:

"Результаты определений округляют до сотых долей числа" и

"Форма журнала для записи результатов анализа приведена в приложении Б ССТ 34-70-953.3-88".

Дополнить новым разделом 6:

"6 ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

6.1 С х о д и м о с т ь

Два результата испытаний, полученные в одной лаборатории, одним исполнителем, из одной пробы, признаются достоверными (с доверительной вероятностью P = 0,95), если расхождение между

ними не превышает 0,005 показаний шкалы оптической плотности прибора.

6.2 Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученных в разных лабораториях на одной пробе, признаются достоверными (с доверительной вероятностью P = 0,95), если расхождения между ними не превышают 0,01 показаний шкалы оптической плотности прибора.

gost.e-ecolog.ru