ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ И КОТЕЛЬНЫХ

ОТРАСЛЕВЫЕ СТАНДАРТЫ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА

Определение ЭДТА и ее солей, сульфатов, свободной угольной кислоты

ОСТ 34-70-953.19—91 ÷ ОСТ 34-70-953.21—91

Издание официальное

Москва 1991

gost.e-ecolog.ru

УДК 628.I.034:543.06 Группа Л I9

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. Метод определения ЭДТА и ее солей

ОСТ 34-70-953.I9-9I

ОКСТУ 2I09

Дата введения с 0I.07.92

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает фотометрический метод определения общего содержания этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА) и ее солей в питательных и котловых водах барабанных котлов.

Сущность метода заключается в фотометрическом измерении избытка никеля, не связанного в ЭДТА-комплекс.

Чувствительность метода - I мкг в пробе.

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.I .

Издание официальное

© ВТИ им.Ф.Э.Дзержинского,I99I

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.

Стаканы В-1250 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 250, 600 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.

Цилиндры - по ГОСТ 1770 вместимостью 50 и 100 см^3.

Кислота серная - по ГОСТ 4204.

Никель сернокислый - по ГОСТ 4465.

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

Натрия гидроокись - по ГОСТ 4328 , раствор с массовой долей 25% и 5%.

Аммоний надсернокислый (персульфат аммония) - по ГОСТ 20478 , раствор с массовой долей 3%.

Аммоний хлористый - по ГОСТ 3773 , с массовой долей 20%.

Диметилглиоксим - по ГОСТ 5828 , раствор с массовой долей 1%.

Аммиак водный - по ГОСТ 24147.

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) - по ГОСТ 10652 , раствор с (μ -Na -ЭДТА) = = 0,05 моль/дм^3.

Мурексид (индикатор).

Магний сернокислый, фиксанал - по ТУ 6-09-2540

Трилон Б, фиксанал - по ТУ 6-09-2540.

Хром кислотный темносиний индикатор - по ТУ 6-09-3870.

Спирт этиловый ректификованный технический - по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная - по ГОСТ 6709.

Вода очищенная - по ОСТ 34-70-953.2.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

3.1. Приготовление рабочих растворов

3.1.1. Раствор калий-натрий виннокислый с массовой долей 20%. Растворяют 20 г соли в 80 $см^3$ очищенной воды. Раствор устойчив в течение двух недель при хранении в холодильнике.

3.1.2. Раствор аммония надсернокислого (персульфата аммония) с массовой долей 3%. Растворяют 3 г соли в 97 $см^3$ очищенной воды. Раствор устойчив в течение суток.

3.1.3. Раствор натрия гидроокиси с массовой долей 5%. Растворяют 5 г реактива в 95 $см^3$ очищенной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде. Раствор устойчив.

3.1.4. Раствор диметилглиоксима с массовой долей 1%. Растворяют 1 г реактива в 99 $см^3$ раствора натрия гидроокиси с массовой долей 5%. Хранят в холодильнике в течение месяца в склянке из темного стекла.

3.1.5. Раствор аммиака с массовой долей 10%. Готовят разбавлением аммиака с массовой долей 25% в 2,5 раза. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

3.1.6. Раствор хлористого аммония с массовой долей 20%. Растворяют 20 г соли в 80 $см^3$ очищенной воды. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

3.1.7. Аммиачный буферный раствор. В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ отмеривают 80 $см^3$ раствора водного аммиака с массовой долей 25% и 100 $см^3$ хлористого аммония с массовой долей 20%, доливают до метки очищенной водой и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

3.1.8. Индикатор хром темносиний. Растворяют 0,5 г индикатора в 20 $см^3$ аммиачного буферного раствора и доливают этиловым спиртом до 100 $см^3$. Раствор хранят в течение месяца в хорошо закрывающейся склянке.

3.1.9. Раствор трилона Б концентрации с ($\frac{1}{2}$ Na -ЭДТА) = = 0,05 моль/$дм^3$ (0,05 м) готовят из фиксанала или растворяют 18,613 г этой соли в очищенной воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. После растворения доливают очищенной водой до метки и перемешивают. Если раствор приготовлен из навески, то необходимо установить его титр по раствору сернокислого магния, приготовленного по п. 3.1.10. Для этого в три конические колбы пипеткой отбирают по 5 или 10 $см^3$ раствора магния, в каждую порцию доливают очищенную воду примерно до 100 $см^3$, приливают по 5 $см^3$ аммиачной смеси, вводят 5 капель индикатора хром темносинего и титруют приготовленным раствором трилона Б, молярность ($M_{тр}$) которого вычисляют по формуле

$$M_{тр} = 0,1 \cdot A_{MgSO_4} : A_{тр}$$

где $A_{тр}$ - расход раствора трилона Б на титрование, $см^3$;

A_{MgSO_4} - объем раствора сернокислого магния, взятый для титро-

вания, $см^3$;

2 - пересчет нормальности в молярность.

Раствор устойчив при хранении в хорошо закрывающейся склянке.

3.1.10. Раствор сернокислого магния концентрации с ($1/2\ MgSO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н) готовят из фиксанала. Раствор устойчив, хранят в склянке с закрывающейся пробкой.

3.1.11. Аммиачная смесь. Смешивают 100 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 20% со 100 $см^3$ раствора хлористого аммония с массовой долей 20% в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, доливают очищенной водой до метки и перемешивают. Смесь устойчива при хранении в полиэтиленовом сосуде с закрывающейся крышкой.

3.2. Приготовление основных и стандартных растворов

3.2.1. Основной раствор никеля (Ni) примерно концентрации ($1/2\ NiSO_4 \cdot 7H_2O$) = 0,01 моль/$дм^3$ готовят, растворяя в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ 2,8 г $NiSO_4 \cdot 7H_2O$ в очищенной воде, подкисленной 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Если раствор мутный, его необходимо профильтровать. Для точного определения концентрации основного раствора в три конические колбы вместимостью 250 $см^3$ отбирают пипеткой по 20 $см^3$ раствора никеля, доливают до 100 $см^3$ очищенной водой в каждую колбу, добавляют раствор аммиака с массовой долей 10% до слабого запаха, вносят несколько крупинок мурексида и титруют окрашенную в желтый цвет жидкость раствором трилона Б концентрации с ($\frac{1}{2}$ - Na -ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$ до изменения окраски в красно-фиолетовую.

Концентрацию никеля (C_{Ni}) в миллиграммах на килограмм

вычисляют по формуле

$$C_{Ni} = \frac{a \cdot 0{,}05 \cdot 58{,}71}{V} \cdot 10^3 ,$$

где a - расход трилона Б, $см^3$;

0,05 - молярность раствора трилона Б концентрации с ($\frac{1}{2}$ Na-ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$;

58,71 - атомная масса никеля;

V - объем основного раствора, взятого для определения, $см^3$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допустимые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 $см^3$ трилона Б.

3.2.2. Стандартный раствор, концентрации 1 мг/кг никеля готовят двойным разбавлением основного раствора.

Сначала готовят раствор концентрации 10 мг/кг Ni. Для этого в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ отбирают объем основного раствора, равный (1000.10): C_{Ni}, доливают до метки очищенной водой и перемешивают.

Разбавив полученный раствор точно в 10 раз, получим стандартный раствор концентрации 1 мг/кг Ni. Раствор неустойчив, пригоден только в день приготовления.

3.2.3. Основной раствор ЭДТА концентрации 100 мг/кг готовят из раствора трилона Б концентрации с ($\frac{1}{2}$ Na-ЭДТА) = = 0,05 моль/$дм^3$, приготовленного по п. 3.1.9.

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ отмеривают пипеткой точно 6,85 $см^3$ раствора, приготовленного по п. 3.1.9, доливают очищенной водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

3.2.4. Стандартный раствор концентрации I мг/кг ЭДТА. Готовят разбавлением основного раствора ЭДТА в 100 раз. Раствор неустойчив, пригоден только в день приготовления.

3.3. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 50 $см^3$ отбирают I, 2, 5, 7, 10, 15 $см^3$ стандартного раствора ЭДТА концентрации I мг/кг и по 5 $см^3$ стандартного раствора никеля концентрации I мг/кг. Одновременно готовят контрольную пробу, содержащую 5 $см^3$ никеля, но не содержащую ЭДТА. Жидкости перемешивают и через 5 мин вливают последовательно в каждую колбу 5 $см^3$ сегнетовой соли, 4 $см^3$ раствора натрия гидроокиси, 5 $см^3$ раствора персульфата аммония, I $см^3$ щелочного раствора диметилглиоксима, доливают очищенной водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность (A) каждого окрашенного раствора со светофильтрами областью светопропускания 440 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 100 мм относительно контрольной пробы, окраска которой имеет более яркий цвет. Выполняют не менее 3 параллельных определений для каждой концентрации, расхождения между которыми не должны превышать 0,005 единиц оптической плотности.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают содержание ЭДТА в пробах (мкг), а по оси ординат соответствующие им значения оптической плотности (A). По полученным точкам проводят прямую по методу наименьших квадратов (приложение I) ОСТ 34-70-953.3.

Допускается вычисление результатов с помощью множителя ($к$), определяемого по формуле

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

где m - масса ЭДТА в пробе, мкг;

A - среднее значение оптической плотности, соответствующее этой массе.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В мерную колбу, вместимостью 50 см^3 вносят не более 25 см^3 анализируемой воды, добавляют 5 см^3 стандартного раствора никеля. Выдерживают 5 мин, добавляют 5 см^3 раствора сегнетовой соли, 4 см^3 раствора натрия гидроокиси, 5 см^3 раствора персульфата аммония, 1 см^3 щелочного раствора диметилглиоксима, доливают очищенной водой до метки, тщательно перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемой пробы (A_x) в соответствии с п. 3.3.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массу ЭДТА в анализируемой пробе находят по градуировочному графику или по формуле $m = K \cdot A_x$ (п. 3.3.).

Концентрацию ($C_{ЭДТА}$) в микрограммах на килограмм вычисляют по формуле

$$\left(C_{ЭДТА}\right) = \frac{m}{V} \cdot 10^3,$$

где m - масса ЭДТА в пробе, мкг;

V - объем анализируемой воды, см^3.

Суммарная погрешность результата определения ЭДТА и ее солей с доверительной вероятностью P = 0,95 указана в таблице.

Масса ЭДТА в пробе, мкг	1	2	4	6	8	10
Суммарная погрешность определения, %	±30	±20	±15	±10	±5	±3

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ Министерства энергетики и электрификации СССР от 20.09.9I № I00а

ИСПОЛНИТЕЛИ Ю.М.Кострикин, 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)

ЗАРЕГИСТРИРОВАН в Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 01356 09 от 21.10.91

Срок первой проверки - 1997 г., периодичность проверки - 5 лет.

ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ.

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначения НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ I770-74	2
ГОСТ 3773-72	2
ГОСТ 4204-77	2
ГОСТ 4328-77	2
ГОСТ 4465-74	2
ГОСТ 5828-77	2
ГОСТ 5845-79	2
ГОСТ 6709-72	2
ГОСТ I0652-73	2
ГОСТ I8300-87	2
ГОСТ 20292-74	2
ГОСТ 20478-75	2
ГОСТ 24I04-88	2
ГОСТ 24I47-80	2

Обозначение НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисление приложений
ГОСТ 25336-82	2
ОСТ 34-70-953.I-88	I
ОСТ 34-70-953.2-88	2
ОСТ 34-70-953.3-88	3.3
ТУ 6-09-2540-72	2
ТУ 6-09-3870-75	2

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

ОСТ 34-70-953.I9-9I

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

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ОСТ 34-70-953.19-91	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения ЭДТА и ее солей	1
ОСТ 34-70-953.20-91	Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения сульфатов	13
ОСТ 34-70-953.21-91	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения свободной угольной кислоты	25

Отдел научно-технической информации
РТ ВТИ Заказ № 27 Тираж 1120 экз.
Цена 17 р. 80 к.

gost.e-ecolog.ru