РОССИЙСКОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО ЭНЕРГЕТИКИ
И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ «ЕЭС РОССИИ»

Департамент научно-технической политики и развития

СТАНДАРТЫ ОТРАСЛИ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

Методы определения показателей качества

**ОСТ 34-70-953.27–99,
ОСТ 34-70-953.28–00,
ОСТ 34-70-953.29–00**

АООТ «ВТИ»

Москва 2002

gost.e-ecolog.ru

РОССИЙСКОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО ЭНЕРГЕТИКИ
И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ «ЕЭС РОССИИ»

Департамент научно-технической политики и развития

СТАНДАРТ ОТРАСЛИ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфитов

ОСТ 34-70-953.29–00

АООТ «ВТИ»
Москва 2002

Разработано Акционерным обществом открытого типа «Всероссийский теплотехнический научно-исследовательский институт» (АООТ «ВТИ»)

Исполнители *Н.М. КАЛИНИНА, О.М. ШТЕРН, С.Ю. ПЕТРОВА, Ю.М. КОСТРИКИН*

Утверждено Департаментом научно-технической политики и развития РАО «ЕЭС России» 29 декабря 2000 г.

Первый заместитель
начальника *А.П. ЛИВИНСКИЙ*

Взамен «Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях» (М.: СПО «Союзтехэнерго», 1979) в части определения сульфитов (раздел 25)

Свидетельство о метрологической аттестации № 011/01, выданное метрологической службой АООТ «ВТИ»

**Срок первой проверки настоящего ОСТа – 2006 г.,
периодичность проверки – один раз в 5 лет.**

Ключевые слова: энергетика, тепловые электростанции, вода, растворы, колба, сульфиты.

©АООТ «ВТИ», 2002

УДК 628.1.034:546.41.06 Л09

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

ОСТ 34-70-953.29–00

Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфитов

ОКСТУ 0109

Дата введения 2001–04–01

Настоящий стандарт распространяется на измерения, выполняемые при определении качества производственных вод теплоэнергетических установок, и устанавливает методику выполнения измерений (МВИ) массовой концентрации сульфитов в производственных водах ТЭС.

Использование сульфитов в производственных водах ТЭС обусловлено необходимостью связывания растворенных в воде кислорода и имеющихся в её составе окислителей, влияющих на коррозионную стойкость металла оборудования и контура циркуляции.

1 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений следует соблюдать следующие условия:

диапазон концентраций сульфит-аниона в воде, мкг/дм^3 .....50 – 1000

температура окружающей среды, °С .....20 ± 5

относительная влажность воздуха, % .....45 – 80

напряжение питания электрической сети, В .....220 ± 4,4

При включении измерительного прибора необходимо соблюдать условия, указанные в «Техническом описании и инструкции по эксплуатации».

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Предел приписанной относительной погрешности измерений массовой концентрации анион-сульфита SO_3^{2-} в указанном диапазоне 50–1000 мкг/дм^3 составляет ±10 % (оценка погрешности приведена в приложении А).

Издание официальное

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Концентрацию сульфит-аниона SO_3^{2-} в воде определяют фотометрическим методом, измеряя оптические плотности водных растворов, содержащих избыточное количество йода.

4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяются следующие средства измерений и другие технические средства:

фотоколориметр КФК или прибор аналогичного типа с набором кювет вместимостью до 100 мм или спектрофотометр;

весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;

пипетки измерительные градуированные на 1, 2, 5 10, 50 $см^3$ по ГОСТ 29227;

колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336;

колбы конические вместимостью 250 и 500 $см^3$ с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336;

иод фиксанал по ТУ 6-09-2540;

натрий сернистокислый по ГОСТ 4166;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163;

вода очищенная по ОСТ 34-70-953.2.

Допускается использование средств измерений других типов, посуды и реактивов с характеристиками не хуже, чем у перечисленных в разделе 4.

5 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

До начала измерений готовят рабочие растворы, подготавливают фотоколориметр к работе и строят градуировочный график.

5.1 Приготовление рабочих растворов

5.1.1 Исходный раствор иода концентрации с $(1/2J_2) = 0{,}1$ моль/$дм^3$ готовят из фиксанала; раствор устойчив в течение года при хранении в склянке из темного стекла.

5.1.2 Раствор иода концентрации с $(1/2J_2) = 0{,}01$ моль/$дм^3$ готовят путем разбавления точно в 10 раз раствора иода концентрации с $(1/2\ J_2) = 0{,}1$ моль/$дм^3$ непосредственно перед употреблением.

5.1.3 Рабочий раствор иода концентрации с (1/2J_2) = 0,0002 моль/дм^3. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отмеривают точно 2 см^3 раствора иода концентрации с (1/2 J_2) = 0,01 моль/дм^3, очищенной водой доливают до метки и перемешивают.

Раствор необходимо использовать в день приготовления.

5.1.4 Раствор сульфита натрия концентрации с (1/2 Na_2SO_3) = = 0,01 моль/дм^3 готовят из фиксанала или ГСО.

Допускается при необходимости использовать раствор сульфита натрия указанной концентрации, приготовленный из безводного натрия сернистокислого. Для этого навеску 0,63 г безводного натрия сернистокислого растворяют в очищенной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3. Реактив при хранении окисляется, поэтому необходимо установить его титр. Для этого в коническую колбу отбирают определенный объем раствора иода концентрации с (1/2J_2) = 0,01 моль/дм^3, добавляют 50 см^3 очищенной воды и титруют окрашенную жидкость приготовленным раствором сульфита натрия до слабо желтой окраски, после чего к титруемой жидкости приливают 0,2–0,3 см^3 крахмального раствора, синюю жидкоеть дотитровывают раствором сульфита натрия до обесцвечивания.

Титр *(Т)* раствора сульфита натрия определяют по формуле

$$T = 0{,}01 \cdot \frac{V}{a}, \qquad (1)$$

V – объем йода, отмеренный в коническую колбу, см^3;

a – расход сульфитного раствора на титрование, см^3.

5.1.5 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1%. Размешивают 1 г крахмала примерно в 20 см^3 очищенной воды и вливают эту жидкость в 80 см^3 кипящей очищенной воды. Раствор устойчив в течение 2 суток.

5.1.6 Рабочий раствор сульфита натрия концентрации с (1/2 Na_2SO_3) = = 0,0002 моль/дм^3. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают X см^3 раствора сульфита натрия концентрации с (1/2 Na_2SO_3) = 0,01 моль/дм^3, доливают до метки очищенной водой и перемешивают. Раствор пригоден в день приготовления. Значение X, см^3, получают из равенства

$$X \cdot T = 100 \cdot 0{,}0002.$$

5.2 Подготовка фотоколориметра к работе

Подготовку фотоколориметра к работе проводят в соответствии с «Техническим описанием и инструкцией по эксплуатации», прилагаемыми к прибору.

5.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят одну холостую и шесть эталонных проб.

В семь мерных колб вместимостью каждая по 50 $см^3$ вводят соответственно 0, 1, 2, 3, 4, 5 и 6 $см^3$ рабочего раствора сульфита натрия концентрации 7,68 $мкг/см^3$ доливают приблизительно до 10 $см^3$ очищенной водой, добавляют в каждую колбу точно по 10 $см^3$ рабочего раствора иода концентрации с $(1/2\ J_2) = 0{,}0002$ $моль/дм^3$, доводят до метки очищенной водой и перемешивают. Через 2 мин измеряют на фотоколориметре оптическую плотность (A) этих растворов, установив в приборе светофильтры с областью светопропускания 440 нм, в кюветах длиной 100 мм.

Так как показания оптической плотности возрастают с увеличением дозировки раствора сульфита натрия, то при колориметрировании холостую пробу сравнивают с испытуемыми.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают значения массовой концентрации сульфита в пробах (c) в микрограммах, а по оси ординат – отвечающие им значения оптической плотности (A). По полученным точкам, пользуясь методом наименьших квадратов, проводят прямую.

6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 В две мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ каждая отбирают определенный объем анализируемой воды, в две другие наливают по 40 $см^3$ очищенной воды. Затем во все колбы вводят по 10 $см^3$ рабочего раствора иода, перемешивают и через 2 мин измеряют оптическую плотность, как при построении градуировочного графика. Массовую концентрацию сульфита в пробе ($c_р$), мкг, находят по градуировочному графику. Массовую концентрацию сульфита, $мкг/дм^3$, вычисляют по формуле

$$c_{SO_3} = \frac{c_р \cdot 1000}{V}, \qquad (2)$$

где V – объем воды, взятый для анализа, $см^3$;

$c_р$ – массовая концентрация сульфита, мкг, определенная по градуировочному графику.

6.2 Результат анализа с доверительными границами погрешности c_A, $мкг/дм^3$, записывают следующим образом:

$$c_A = c_{SO_3} \pm 0{,}1\, c_{SO_3},$$

где c_{SO_3} – результат измерения, $мкг/дм^3$.

7 КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Оперативный контроль погрешности (точности)

7.1.1 Оперативный контроль погрешности проводят с использованием образцов.

7.1.2 Образцом для контроля может служить стандартный раствор сульфита, приготовленный из ГСО водного раствора.

7.1.3 Концентрацию сульфита измеряют в образце для контроля; найденное значение c_1 сравнивают со значением аттестованного раствора $c_а$. Расхождение между ними $K_к$ не должно превышать норматив, установленный для оперативного контроля погрешности K.

7.1.4 Расхождение ($K_к$) между найденным и аттестованным значениями концентрации сульфита в образце для контроля, мкг/дм^3, определяют по формуле

$$K_к = c_1 - c_а. \qquad (3)$$

7.1.5 Норматив оперативного контроля погрешности K, мкг/дм^3, определяют по формуле

$$K = 0{,}1c_1. \qquad (4)$$

7.1.6 Точность результатов анализа рабочих проб, полученных за период, в течение которого условия выполнения измерений соответствовали условиям контрольного измерения, считают удовлетворительной, если

$$K_к \le K.$$

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений записывают в таблицу, форма которой приведена ниже.

Таблица

Номер п/п	Дата отбора	Точка отбора	Содержание сульфитов
… …			

Подпись оператора _____

9 ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений с применением настоящей методики следует соблюдать требования к безопасности при работе с химическими реактивами, а также к технике безопасности, указанные в РД 34.03.201 (раздел 3.7.Б «Требования безопасности при работе в химических лабораториях»).

10 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению анализа допускаются лица, имеющие среднее техническое образование, опыт работы в химической лаборатории не менее 3 мес и освоившие методику выполнения измерений на фотоколориметре в соответствии с «Техническим описанием и инструкцией по эксплуатации», прилагаемыми к прибору.

Приложение А
(обязательное)

ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СУЛЬФИТОВ В ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ВОДАХ

А.1 Составляющие погрешности δ_1, связанные с отбором пробы, не учитываются.

А.2 Составляющие погрешности δ_2, связанные с подготовкой пробы, от неточного определения объема анализируемой пробы – 0,1 %.

А.3 Составляющие погрешности, связанные с подготовкой растворов для калибровки фотоколориметра:

А.3.1 От неточного определения объема с помощью мерной колбы δ_3 – 0,01 %;

А.3.2 От неточного определения объема с помощью пипетки δ_4 – 0,2 %;

А.3.3 От потери исходного раствора δ_5 за счет остатка его на стенках пипетки не учитываются;

А.3.4 От погрешности исходного раствора δ_6 – 1 %.

А.4 Составляющие погрешности δ_7, связанные с неточностью определения оптической плотности при калибровке фотоколориметра – 1,3 %.

А.5 Составляющие погрешности, связанные с измерением массовой концентрации сульфитов:

А.5.1 От неточности определения оптической плотности δ_8 – 1,3 %;

А.5.2 От оптической неоднородности пробы δ_9 – 8 %;

А.5.3 От неточности построения калибровочного графика δ_{10} – 0,5 %.

А.6 Предел суммарной относительной погрешности измерения содержаний сульфитов определяется по формуле

$$d_{пр} = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2 + \delta_4^2 + \delta_5^2 + \delta_6^2 + \delta_7^2 + \delta_8^2 + \delta_9^2 + \delta_{10}^2} = \pm 8{,}3\ \%.$$

С учетом изменений оптических свойств растворов при выполнении измерений принимаем относительную погрешность измерения массовой концентрации, равной 10 %.

Приложение Б
(справочное)

ПЕРЕЧЕНЬ НОРМАТИВНЫХ ДОКУМЕНТОВ, НА КОТОРЫЕ ИМЕЕТСЯ ССЫЛКА В ОСТ 34-70-953.29–00

Обозначение НД	Наименование НД	Номер пункта, подпункта, на который дана ссылка
1	2	3
ГОСТ 4166–76	Натрий сернистокислый. Технические условия	2
ГОСТ 4212–76	Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического, нефелометрического и других видов анализа	3
ГОСТ 4517–87	Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе	3
ГОСТ 10163–76	Крахмал растворимый. Технические условия	2
ГОСТ 24104–88	Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия	2
ГОСТ 25336–82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры	2
ГОСТ 29227–91	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования	2
ОСТ 34-70-953.1–88	Воды производственные тепловых электростанций. Метод отбора проб	4
ОСТ 34-70-953.2–88	Воды производственные тепловых электростанций. Метод приготовления очищенной воды	4

Окончание приложения Б

1	2	3
РД 34.03.201–97	Правила техники безопасности при эксплуатации тепломеханического оборудования электростанций и тепловых сетей (М.: ЭНАС, 1997)	4
ТУ 6-09-2540–87	Стандарт-титры (фиксаналы, нормадозы)	2

Содержание

1 ОСТ 34-70-953.27–99 «Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения прозрачности» 1
2 ОСТ 34-70-953.28–00 «Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения стабильности» 9
3 ОСТ 34-70-953.29–00 «Воды производственные тепловых электростанций. Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфитов» 17

Редактор *Л.М. Мальцева*
Технический редактор *И.Р. Шанто*
Корректор *Н.Н. Клюева*
Компьютерная верстка *Е.В. Беспалова*

Подписано в печать 03.06.02. Формат 60×90 1/16.
Печ. л. 1,75. Тираж 750 экз. Заказ № 130.

ПМБ ВТИ. 115280, Москва, ул. Автозаводская, 14/23

gost.e-ecolog.ru