ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ И КОТЕЛЬНЫХ

СТАНДАРТЫ ОТРАСЛИ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА

ОТБОР ПРОБ,
ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОЧИЩЕННОЙ ВОДЫ,
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРАЗИНА,
ЖЕЛЕЗА, МЕДИ,
КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ

ОСТ 34-70-953. 1—88
ОСТ 34-70-953. 6—88

Издание официальное

1995 г.

gost.e-ecolog.ru

СОДЕРЖАНИЕ

1. ОСТ 34-70-953.1-88 Воды производственные тепловых электростанций. Метод отбора проб.. 3

2. ОСТ 34-70-953.2-88 Воды производственные тепловых электростанций. Метод приготовления очищенной воды 7

3. ОСТ 34-70-953.3-88 Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения гидразина 21

Приложение А. Построение градуировочного графика методом наименьших квадратов 32

Приложение Б. Форма журнала для записи результатов анализа . . . 34

4. ОСТ 34-70-953.4-88 Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения железа 37

5. ОСТ 34-70-953.5-88 Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения меди 53

6. ОСТ 34-70-953.6-88 Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения кремниевой кислоты 69

ИНФОРМАЦИЯ 20, 68

УДК 628.I.034:546.284-32.06

С Т А Н Д А Р Т О Т Р А С Л И

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. Методы определения кремниевой кислоты

ОКСТУ 0I09 Л I9

Дата введения I988.I0.0I

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает методы определения кремниевой кислоты в исходных водах, водах, обработанных известково-коагуляционным, ионитным или термическим способом, в питательной воде и конденсатах ее составляющих, котловых, циркулирующих в системе охлаждения и теплофикационных водах.

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.I-88

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Фотоколориметр типа КФК-2 или аналогичного типа с набором кювет, толщиной колориметрируемого слоя до I00 мм и набором

Издание официальное © ВТИ, I988

светофильтров или спектрофотометр (кюветы 100 мм могут быть заказаны заводу, поставляющему фотоколориметры);

весы лабораторные общего назначения II класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

печь тигельная с возможностью нагрева до 1200°С;

штативы для фильтрования и для бюреток с лапками и зажимами;

штатив для широких пробирок при визуально-колориметрических определениях;

баня водяная;

плитки электрические нагревательные;

щипцы тигельные с необгорающими наконечниками;

чашка платиновая вместимостью не менее 50 $см^3$;

вставка для эксикатора по ГОСТ 9147;

эксикаторы без крана типа 3;

сосуды полиэтиленовые вместимостью 300-500 $см^3$, снабженные навинчивающимися полиэтиленовыми крышками;

чашки фарфоровые диаметром 12,0 см по ГОСТ 9147;

тигли фарфоровые диаметром 35, дно 18 мм по ГОСТ 9147;

палочки стеклянные;

воронки стеклянные диаметром от 40 до 150 мм;

стаканы химические вместимостью от 50 до 1000 $см^3$;

шкаф сушильный с регулируемой температурой в пределах от 50 до 160°С;

воронки делительные вместимостью 200 и 300 $см^3$;

фильтры беззольные;

колбы мерные вместимостью от 50 до 1000 $см^3$;

колбы конические вместимостью 250 и 500 $см^3$;

колбы плоскодонные вместимостью I и 2 $дм^3$;

цилиндры измерительные вместимостью 50,I00, 250 и 500 $см^3$;

пипетки вместимостью I,2,5,I0,20,25,50,I00 $см^3$;

бюретки для титрования вместимостью по 25 $см^3$ со стеклянными кранами и без кранов;

кислота серная х.ч.;

кислота соляная (хлористоводородная) х.ч.;

кислота фтористоводородная (плавиковая) х.ч.;

кислота азотная х.ч.;

аммоний молибденовокислый х.ч.;

серебро азотнокислое х.ч.;

натрий двууглекислый х.ч.;

натрий кремнекислый (силикат натрия) ч.д.а.;

натрий кремнефтористый, ч.д.а.;

натрия гидроокись (едкий натр) х.ч.;

натрия сульфит (сернокислый натрий) ч.д.а.;

кислота щавелевая х.ч.;

олово двухлористое 2-водное - по ТУ 6-09-5360;

аммиак водный ч.д.а.;

глицерин х.ч.;

метол марки "А" - по ГОСТ 25664;

вода очищенная - по ОСТ 34-70-953,2;

вода дистиллированная.

Допускается применение средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Платиновую чашку (или платиновый тигель) очищают концентрированной соляной кислотой; для этого вливают в нее такое количество кислоты, чтобы заполнить чашку или тигель почти до краев и нагревают их с кислотой на кипящей водяной бане до полного испарения кислоты. После этого вливают в чашку или тигель подкисленную соляной кислотой дистиллированную воду и оставляют на несколько часов. Удалив кислоту, ополаскивают очищенной водой, вливают 10 $см^3$ раствора натрия двууглекислого, выпаривают жидкость досуха, прокаливают чашку или тигель с осадком при 700-800^{0}С в течение часа. После этого в остывшую чашку или тигель вливают 15-20 $см^3$ очищенной воды, нагревают до полного растворения осадка и переносят раствор в мерную колбу, вместимостью 50 $см^3$. Далее поступают как описано в п.4.2, но количество серной кислоты вводят не 1 $см^3$, а 2 $см^3$ 5 м раствора.

Чашка или тигель считаются пригодными для работы, если содержание кремнекислоты, определенное таким путем, не превышает ее содержание в контрольной пробе.

3.2. Подготовка пробы

3.2.1. В анализируемых водах часто присутствует так называемая "нереакционно-способная" кремниевая кислота. Ее составляют частички кварца или силикатных минералов, частицы органических веществ, адсорбировавшие кремниевую кислоту, и тому подобные примеси. В тех случаях, когда имеются основания предполагать присутствие такой "нереакционно-способной" кремниевой кислоты, перед определением вода должна быть обработана для

перевода всей кремниевой кислоты в реакционно-способное состояние.

Пробу воды, в зависимости от ожидаемого содержания кремниевой кислоты, 5,10 или 40 $см^3$ помещают в чистую платиновую чашку или чистый платиновый тигель, прибавляют 10 $см^3$ раствора натрия двууглекислого и выпаривают на водяной бане или на плитке досуха. Чашку или тигель помещают в муфель, постепенно доводят температуру в нем до 700-800°С и при этой температуре выдерживают не менее часа. Вынув чашку или тигель из муфеля и дав остыть, вливают в них 15-20 $см^3$ очищенной воды, нагревают на плитке до полного растворения осадка и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Далее поступают по п.4.5, но количество серной кислоты удваивают, т.е. вводят не 1 $см^3$ раствора серной кислоты 5 м, а 2 $см^3$.

3.2.2. В тех водах, где не предполагается присутствие "нереакционно-способной" кремниевой кислоты или когда нет необходимости в ее определении, обработка воды по п.3.2.1 не выполняется.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ ПО ЖЕЛТОМУ КРЕМНЕМОЛИБДЕНОВОМУ КОМПЛЕКСУ

4.1. Метод применяется для определения кремниевой кислоты в водах, содержащих более 0,3 $мг/дм^3$ кремниевой кислоты: в исходной, охлаждающей, сетевой (теплофикационной), известково-коагулированной умягченной натрий-катионированием воде.

Сущность метода состоит во взаимодействии соединений кремниевой кислоты с молибденовокислым аммонием

с образованием окрашенной в желтый цвет комплексной кремнемолибденовой гетерополикислоты и измерении оптической плотности на фотоколориметре раствора. Чувствительность метода - 2 мкг в пробе.

4.2. Приготовление рабочих растворов

4.2.1. Раствор серной кислоты примерно 5 м концентрации готовят, вливая 280 $см^3$ концентрированной серной кислоты в 720 $см^3$ очищенной воды, помещенной в химический стакан. После охлаждения раствор переливают в стеклянный сосуд с притертой пробкой. Раствор устойчив.

4.2.2. Насыщенный раствор бикарбоната натрия. Растворяют около 40 г двууглекислого натрия в 300 $см^3$ очищенной воды, нагретой до 70-60°С. Жидкость интенсивно перемешивают и переносят вместе с нерастворившимся осадком в полиэтиленовый сосуд, вместимостью 500 $см^3$, снабженный навинчивающейся крышкой. При охлаждении раствора до комнатной температуры происходит выделение избытка соли и раствор становится насыщенным. Раствор устойчив.

4.2.3. Раствор молибдата аммония. Растворяют 50 г реактива в 600 $см^3$ очищенной воды, добавляют 10 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25%, доливают до 1 $дм^3$ очищенной водой и хорошо перемешивают. Раствор аммония молибденовокислого пригоден в течение месяца. Хранить его следует в полиэтиленовом сосуде с хорошо закрывающейся навинчивающейся крышкой.

4.2.4. Раствор гидроокиси натрия с массовой долей 4%. Растворяют 40 г гидроокиси натрия в 960 $см^3$ дистиллированной

воды. Хранят раствор в сосуде, защищенном от доступа углекислоты.

4.2.5. Раствор азотнокислого серебра. Растворяют 5 г этой соли в 60 $см^3$ дистиллированной воды и приливают 40 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Раствор устойчив, хранить его удобно в капельнице темного стекла.

4.3. Приготовление основного и стандартных растворов

4.3.I. Основной раствор, содержащий около I г/$дм^3$ кремниевой кислоты, может быть приготовлен из кремнекислого натрия или из кремнефторида натрия.

4.3.I.I. Навеску около 5 г кремнекислого натрия ($Na_2SiO_3 \cdot 9H_2O$) растворяют в I $дм^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 4%, жидкость фильтруют, если она мутна, и устанавливают содержание в ней кремниевой кислоты весовым способом. Для этого пипетками отбирают три пробы (25 или 50 $см^3$) в три фарфоровые чашки, вливают в них по I0-I5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и выпаривают на водяной бане досуха. Охладив чашки с образовавшимся осадком, вливают в них еще по 5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, вновь выпаривают, после чего вливают в чашки по I $см^3$ концентрированной соляной кислоты и по 25-30 $см^3$ горячей дистиллированной воды. Выделившуюся кремниевую кислоту отфильтровывают на беззольные плотные фильтры, чашки обмывают горячей дистиллированной водой, стирая остатки кремниевой ки-

доты кусочками бумажного фильтра, пользуясь стеклянными палочками. Осадки на фильтре промывают горячей дистиллированной водой до исчезновения в фильтрате положительной реакции на ионы хлора (проба с каплей раствора азотнокислого серебра). Фильтры с осадками помещают во взвешенные, прокаленные фарфоровые тигли, осторожно высушивают, затем озоляют и прокаливают осадки в тигельной или муфельной печи при температуре не ниже 900°С. Прокаливание ведут до постоянного веса осадка.

Содержание кремниевой кислоты (SiO_2) в граммах на кубический дециметр в приготовленном основном растворе вычисляют по формуле

$$(SiO_2) = \frac{a \cdot 1000}{V}, \qquad (1)$$

где a - масса прокаленной кремнекислоты, г;

V - объем раствора, взятый для анализа.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 2%.

4.3.I.2. Точную навеску кремнефторида натрия (Na_2SiF_6) 3,I6 г растворяют в мерной колбе вместимостью I дм^3 в 500-600 см^3 очищенной воды. Растворение протекает медленно, несколько ускоряясь при подогреве жидкости под струей теплой воды. После полного растворения кристаллов соли жидкости дают остыть, если ее подогревали, и доводят ее объем до метки очищенной водой. Раствор хорошо перемешивают и переливают в полиэтиленовый сосуд с хорошо завинчивающейся крышкой, предварительно дважды сполоснув этот сосуд приготовленным раствором. Проверка концентрации раствора не требуется, если кремнефторид имел квалификацию ч.д.а

и был высушен перед взятием навески при 110°С в течение часа. Раствор устойчив. Хранить его следует в полиэтиленовом сосуде с хорошо завинчивающейся крышкой.

4.3.2. Для приготовления стандартного раствора, содержащего 10 мг/дм^3 кремниевой кислоты в пересчете на SiO_2, если пользуются раствором, приготовленным из кремнекислого натрия, отбирают пипеткой объем основного раствора, равный 10: (SiO_2) вливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки очищенной водой и тщательно перемешивают.

4.3.3. Если пользуются раствором, приготовленным из кремнефторида натрия, то для получения стандартного раствора концентрацией 10 мг/дм^3 отбирают пипеткой 10 см^3 этого раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, очищенной водой доводят объем жидкости до метки и тщательно перемешивают. Раствор кремниевой кислоты может храниться в хорошо закупоренном полиэтиленовом сосуде 10-15 суток.

4.3.4. Стандартный раствор, содержащий 1 мг/дм^3 кремниевой кислоты готовят разбавлением точно в десять раз стандартного раствора, содержащего 10 мг/дм^3 кремниевой кислоты. Разбавление осуществляют очищенной водой. Раствор пригоден лишь в день приготовления.

4.4. Построение градуировочного графика

4.4.1. В пять мерных колб вместимостью по 50 см^3 вводят различные объемы 2,5,10,15,20 см^3 стандартного раствора, содержащего 10 мг/дм^3 кремниевой кислоты (п.4.3.2 или п.4.3.3). Эти количества соответствуют 20, 50, 100, 150, 200 мкг кремние-

вой кислоты в каждой колбе. Очищенной водой доводят объем жидкости в колбах примерно до 40 $см^3$, приливают по 5 $см^3$ молибдатного раствора и по I $см^3$ раствора серной кислоты 5 молярной концентрации, хорошо перемешивают, доводят объем жидкости до метки очищенной водой и еще раз хорошо перемешивают. Получается серия окрашенных в желтый цвет растворов.

Одновременно готовят 3-4 контрольных раствора тех же реактивов, но без стандартного раствора кремниевой кислоты. Через 5-7 минут измеряют оптическую плотность $(A_к)$ на фотоколориметре со светофильтрами областью светопропускания 400 нм в кюветах 50 или I00 мм, сравнивая с дистиллированной водой. Из полученных результатов составляют среднее арифметическое $(A_к)$ Также измеряют оптическую плотность каждого окрашенного стандартного раствора (A) также в сравнении с дистиллированной водой.

4.4.2. По экспериментальным данным, полученным по п.4.4.I, строят график, которым пользуются при анализе проб, полученных по п.3.2.

По оси абсцисс откладывают количества введенной кремниевой кислоты, мкг, а по оси ординат - соответствующие этим количествам кремниевой кислоты значения оптической плотности (A) минус контрольные значения $(A_к)$, т.е. величины $(A-A_к)$ По точкам проводят прямую методом наименьших квадратов по приложению А ОСТ 34-70-953.3-88.

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

$$\frac{C}{A - A_к}, \qquad (2)$$

где C - количество кремниевой кислоты в пробе, мкг;

A - соответствующая этому количеству оптическая плотность;

$A_к$ - среднеарифметическое значение оптической плотности контрольных растворов.

4.5. Проведение анализа

4.5.1. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вливают 40 см^3 анализируемой воды, приливают 5 см^3 молибдатного раствора и 1 см^3 раствора серной кислоты 5 молярной концентрации, интенсивно перемешивают, доливают очищенной водой до метки, еще раз хорошо перемешивают и через 5-7 минут измеряют оптическую плотность жидкости (A_x) на фотоколориметре со светофильтрами областью светопропускания 400 нм в сравнении с дистиллированной водой.

4.6. Обработка результатов

4.6.1. Пользуясь градуировочным графиком, получают содержание кремниевой кислоты в колориметрируемой пробе. Для этого из оптической плотности раствора пробы (A_x) вычитают оптическую плотность контрольной пробы ($A_к$). Полученную разность ($A_x - A_к$) находят на оси ординат графика; далее находят отвечающую этой разности концентрацию кремниевой кислоты в пробе по оси абсцисс (C_p), мкг.

Содержание кремниевой кислоты (SiO_2) в микрограммах на дециметр кубический получают по формуле

$$(SiO_2) = \frac{C_\rho \cdot 1000}{V}, \qquad (3)$$

где V - объем пробы воды, отобранной для анализа, $см^3$;

C_ρ - содержание кремниевой кислоты в пробе, мкг, получаемое по градуировочному графику.

4.6.2. Допустимые погрешности результата определения кремниевой кислоты этим методом с доверительной вероятностью ρ =0,95 указаны в таблице I.

Таблица I

Содержание кремнекислоты в пробе, мкг	I2,0	25,0	50,0	I00,0	200,0
Погрешность определения, %	25	20	I5	I0	5

4.6.3. Результаты определений округляют до сотых долей .

4.6.4. Форма журнала записи результатов приведена в приложении Б ОСТ 34-70-953.3-88.

4.7. Точность метода

4.7.I. Сходимость

Два результата определений, полученные в одной лаборатории, одним исполнителем, на одном оборудовании, на одной пробе признаются достоверными (с доверительной вероятностью ρ=0,95), если расхождение между ними не превышает 0,005 показаний шкалы оптической плотности прибора.

4.7.2. Воспроизводимость

Средние результаты двух испытаний, полученные в разных лабораториях, на одной пробе, двумя исполнителями, признаются достоверными (с доверительной вероятностью P=0,95), если расхождение между ними не превышает 0,01 показаний шкалы оптической плотности прибора.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ ПО СИНЕМУ КРЕМНЕМОЛИБДЕНОВОМУ КОМПЛЕКСУ

5.1. Метод применяется для определения кремниевой кислоты в водах, содержащих менее 0,3 мг/дм^3 кремниевой кислоты: в питательной и составляющих ее конденсатах, в обессоленной воде, в конденсате пара и котловых водах.

Сущность метода состоит во взаимодействии соединений кремниевой кислоты с молибденовокислым аммонием с образованием окрашенных в желтый цвет комплексной кремнемолибденовой гетерополикислоты и восстановлением ее до соединения, имеющего синюю окраску, и измерении оптической плотности этих растворов. Чувствительность метода - 0,2 мкг в пробе.

5.2. Приготовление рабочих растворов

5.2.1. Растворы для восстановления. Для их приготовления применяют смесь метола с сульфитом натрия или раствор хлористого олова.

5.2.1.1. Раствор метола с сульфитом натрия. Растворяют 10 г метола и 80 г сульфита натрия в 800 см^3 очищенной воды

при нагревании до примерно 50°С. Жидкость интенсивно перемешивают и фильтруют в мерную колбу вместимостью I дм^3 и доливают до метки очищенной водой. Реактив пригоден в течение I5-20 суток. Хранить его следует в полиэтиленовом сосуде с хорошо закрывающейся навинчивающейся крышкой.

5.2.I.2. Раствор хлористого олова. Растворяют 2,5 г в I00 см^3 чистого глицерина в фарворовой чашке, при нагревании на водяной бане хлорида олова ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) . Для ускорения растворения кристаллы хлорида олова растирают стеклянной палочкой. Глицериновый раствор устойчив против окисления, хранить его следует в стеклянном сосуде вместимостью I50 см^3.

5.2.2. Раствор щавелевой кислоты с массовой долей 5%. Растворяют 5 г кристаллической щавелевой кислоты в 95 см^3 очищенной воды. Хранят раствор в полиэтиленовом сосуде с хорошо закрывающейся крышкой. Реактив устойчив, но иногда в нем могут развиваться биологические образования (возникают полупрозрачные комочки или хлопья). Если фильтрованием не удается освободить раствор от этих образований, то следует приготовить свежий реактив, а посуду тщательно вымыть.

5.2.3. Раствор серной кислоты примерно 0,5 м. Готовят, смешивая в стеклянном стакане 30 см^3 концентрированной серной кислоты с 400 см^3 очищенной воды, раствор переливают в мерную колбу вместимостью I дм^3, доливают очищенной водой до метки, перемешивают и переливают в склянку с пришлифованной стеклянной пробкой. Раствор вполне устойчив.

5.3. Построение градуировочных графиков

5.3.1. Построение градуировочного графика с метол-сульфитным раствором.

В пять мерных колб вместимостью по 50 $см^3$ вводят пипеткой 1,2,3,5,10 $см^3$ стандартного раствора, содержащего 1 $мг/дм^3$ кремниевой кислоты. Это соответствует содержанию кремниевой кислоты в пробах 1,2,3,5,10 мкг. Затем во все колбы вливают очищенную воду до общего объема 30 $см^3$, по 2 $см^3$ молибдатного раствора и по 5 $см^3$ серной кислоты 0,5 м концентрации. Жидкость перемешивают и через 5 мин добавляют в каждую колбу по 2 $см^3$ восстанавливающего метол-сульфитного раствора, перемешивают, доливают очищенной водой до метки и тщательно перемешивают. Получается серия окрашенных в синий цвет растворов.

Одновременно готовят 3-4 контрольные пробы тех же реактивов, но без стандартного раствора. Через 5 минут измеряют оптическую плотность ($A_к$) контрольных проб в кюветах длиной 50 мм со светофильтрами областью светопропускания 750 нм, сравнивая с дистиллированной водой. Из полученных результатов колориметрирования контрольных проб получают среднее арифметическое. Также измеряют оптическую плотность (A) каждого окрашенного стандартного раствора в сравнении с дистиллированной водой.

5.3.2. Построение градуировочного графика с раствором хлористого олова.

В несколько мерных колб вместимостью по 50 $см^3$ вводят 1,2,3,5,10 $см^3$ стандартного раствора, содержащего 1 $мг/дм^3$ кремниевой кислоты, что соответствует содержанию кремнекислоты

в пробах I,2,3,5,I0 мкг. Затем во все колбы вливают очищенную воду до общего объема 20 $см^3$, по 2 $см^3$ молибдатного раствора и по 5 $см^3$ серной кислоты 0,5 м. концентрации. Жидкость перемешивают и через 5 мин добавляют в каждую по I0 $см^3$ 5 м концентрации серной кислоты и по 5 капель раствора хлористого олова, доливают до метки очищенной водой и тщательно перемешивают. Получается серия окрашенных в синий цвет растворов. Одновременно готовят 3-4 контрольных раствора тех же реактивов, но без стандартного раствора кремниевой кислоты. Через 5 мин измеряют оптическую плотность $(A_к)$ контрольных растворов на фотоколориметре со светофильтром с областью светопропускания 750 нм, сравнивая с дистиллированной водой. Из полученных результатов вычисляют среднее арифметическое значение $(A_к)$. Также измеряют оптическую плотность (A) каждого окрашенного стандартного раствора в сравнении с дистиллированной водой.

5.3.2а. Построение градуировочного графика с щавелевой кислотой.

В пять мерных колб вместимостью 50 $см^3$ вводят пипеткой I,2,3,5,I0 $см^3$ стандартного раствора, содержащего I $мг/дм^3$ кремниевой кислоты, что соответствует I,2,3,5 и I0 мкг в пробе. Затем во все колбы вливают очищенную воду до общего объема 30 $см^3$, по 2 $см^3$ молибдатного раствора и по 5 $см^3$ раствора серной кислоты 0,5 молярной концентрации, жидкости перемешивают и вливают по 3 $см^3$ щавелевой кислоты, и вновь перемешивают. Через 5 мин добавляют в каждую колбу по 5 капель хлористого олова или по 2 $см^3$ метол-сульфитного раствора, перемешивают, доливают очищенной водой до метки и тщательно перемешивают.

Одновременно готовят 3-4 контрольные пробы тех же реактивов, но без стандартного раствора. Через 5 минут измеряют оптическую плотность $(A_к)$ контрольных проб и каждого окрашенного стандартного раствора (A) в кюветах 100 или 50 мм со светофильтрами областью светопропускания 750 нм, сравнивая с очищенной водой.

5.3.3. По экспериментальным данным, полученным по п.5.3.1: п.5.3.2 и п.5.3.2а, строят градуировочные графики, которыми пользуются при анализе проб. По оси абсцисс откладывают количества введенной кремниевой кислоты, мкг, а по оси ординат - соответствующие этим количествам значения оптической плотности (A) минус контрольные значения $(A_к)$, т.е. величины $(A-A_к)$. По точкам проводят прямую методом наименьших квадратов по приложению А ОСТ 34-70-953.3-88.

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

$$\frac{C}{A-A_к} \qquad (4)$$

5.4. Проведение анализа

5.4.1. При анализе вод с содержанием кремниевой кислоты менее 50 мкг/дм^3 нельзя пренебрегать загрязненностью реактивов и очищенной воды соединениями кремния. Для проверки чистоты этих объектов и последующего введения поправок в двух колбах готовят растворы, вводя в них реактивы и очищенную воду в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

Вводимый раствор, $см^3$	Первая колба	Вторая колба
Очищенная вода	30	30
Раствор молибдата аммония	2	4
Раствор серной кислоты 0,5 молярной концентрации	5	I0
Раствор метол-сульфитный	2	4
Очищенной воды до объема	50	50
Очищенная вода	20	20
Раствор молибдата аммония	2	4
Раствор серной кислоты 0,5 молярной концентрации	5	I0
Раствор серной кислоты 5 молярной концентрации	I0	I0
Раствор хлористого олова, капли	5	5
Очищенной воды до объема	50	50

В зависимости от применяемого раствора для восстановления сначала вводят 30 или 20 $см^3$ очищенной воды, затем раствор молибдата аммония, раствор серной кислоты 0,5 молярной концентрации и смесь хорошо перемешивают. Через 5 мин вводят метол-сульфитный раствор, а при применении хлористого олова вначале вводят раствор серной кислоты 5 молярной концентрации, а затем хлористое олово и доливают колбы очищенной водой до метки, перемешивают и через 5 мин колориметрируют в кюветах длиной I00 или 50 мм, пользуясь светофильтрами с областью светопропускания 750 нм. В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду без реактивов. Оптическая плотность первой колбы (A_1)

соответствует содержанию кремниевой кислоты в 42 $см^3$ очищенной воды и в реактивах; окраска второй колбы (A_2) отвечает содержанию кремниевой кислоты в несколько меньшем количестве очищенной воды и в удвоенном количестве реактивов. Для большей надежности повторяют определения (A_1) и (A_2). Обозначая условно кремнесодержание реактивов через (P), а содержание кремниевой кислоты в воде через (B) получаем $A_1 = B+P$ и $A_2 = B+2P$ Отсюда загрязненность очищенной воды оценивается разностью

$$B = 2A_1 - A_2 \qquad (5)$$

Эта разность не должна превышать 0,005, в этом случае очищенная вода пригодна для определения содержания кремниевой кислоты. Кремнесодержание реактивов оценивается разностью

$$P = A_2 - A_1 \qquad (6)$$

Эта разность характеризует содержание кремния в порции реактивов; она не должна превышать 0,01. Подобную проверку следует проводить при смене реактивов или очищенной воды. Если вода или реактивы не удовлетворяют вышеуказанным условиям, то ими пользоваться при определении содержаний кремниевой кислоты менее 50 мкг/$дм^3$ не следует.

5.4.2. В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вводят 40 $см^3$ анализируемой воды, 2 $см^3$ раствора молибдата аммония и 5 $см^3$ раствора серной кислоты 5 молярной концентрации. Смесь хорошо перемешивают и через 5 мин вводят 2 $см^3$ метол-сульфитного раствора. При применении хлористого олова в качестве раствора для восстановления в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вводят 25 $см^3$ анализируемой воды, 2 $см^3$ раствора молибдата аммония; 5 $см^3$ серной кислоты 0,5 молярной концентрации, смесь перемешивают, через 5 мин добавляют 5 $см^3$ серной кислоты 5 молярной концентра

ции и 5 капель хлористого олова. Перемешав жидкость, доводят объем в колбе до метки очищенной водой и через 5 мин измеряют оптическую плотность растворов (A_x) в кювете длиной 100 или 50 мм, пользуясь светофильтрами с областью светопропускания 750 нм, сравнивая с дистиллированной водой.

5.4.3. В котловых водах присутствуют фосфаты, которые мешают определению кремниевой кислоты, поэтому фосфорно-молибденовый комплекс необходимо разрушить щавелевой кислотой. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вводят отмеренное количество анализируемой воды, но не более 25 $см^3$, очищенной водой доводят объем до 25 $см^3$, приливают 2 $см^3$ раствора молибдата аммония и 0,5 $см^3$ раствора серной кислоты 5 молярной концентрации. Перемешав жидкость через 5 мин порциями примерно по 0,5-1,0 $см^3$ добавляют 3$см^3$ раствора щавелевой кислоты, после каждой порции тщательно перемешивая жидкость. Затем приливают восстановитель: 5 капель раствора хлористого олова или 2 $см^3$ метол-сульфитного раствора, доливают очищенной водой до метки, интенсивно перемешивают жидкость и через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора (A_x) на фотоколориметре в кювете длиной 100 или 50 мм, со светофильтрами с областью светопропускания 750 нм, сравнивая с дистиллированной водой.

5.5. Обработка результатов

5.5.1. Пользуясь градуировочным графиком, получают содержание кремниевой кислоты в колориметрируемой пробе. Для этого из оптической плотности раствора пробы (A_x) вычитают оптическую плотность контрольной пробы $(A_к)$. Полученные разности $(A_x - A_к)$ находят по оси ординат графика. Далее находят отвечаю-

щую этой разности концентрацию кремниевой кислоты в пробе по оси абсцисс (C_ρ) мкг.

Содержание кремниевой кислоты (SiO_2) в микрограммах на кубический дециметр получают по формуле

$$(SiO_2) = \frac{C_\rho \cdot 1000}{V}, \qquad (7)$$

где V - объем пробы воды, отобранной для анализа, $см^3$;

C_ρ - содержание кремниевой кислоты в пробе, мкг, получаемое по градуировочному графику.

5.5.2. Допустимые погрешности результатов определения кремниевой кислоты этими методами с доверительной вероятностью ρ=0,95 указаны в таблице 3.

Таблица 3

Содержание кремниевой кислоты в пробе, мкг	I,0	2,0	5,0	I0,0
Погрешность определения, %	I0	7	5	3

5.5.3. Результаты определений округляют до сотых долей.

5.5.4. Форма журнала записи результатов анализа приведена в приложении Б ОСТ 34-70-953.3-88.

5.6. Точность метода по п.4.7.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ Министерства энергетики и электрификации СССР от 15.02.88 № 42а
2. РАЗРАБОТАН Всесоюзным теплотехническим институтом (ВТИ)
3. 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)
4. ЗАРЕГИСТРИРОВАН В Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 84I4829 от 28.03.88
5. Срок первой проверки - 1993 г. Периодичность - 5 лет.
6. ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М., СПО Союзтехэнерго, 1979). в части определения кремниевой кислоты (раздел 18)
7. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер раздела пункта, подпункта
ГОСТ 9147-80	2
ГОСТ 25664-83	2
ОСТ 34-70-953.1-88	1
ОСТ 34-70-953.2-88	2
ОСТ 34-70-953.3-88	4.4.2; 4.6.4; 5.3.3; 5.5.4
ТУ 6-09-5384-88	2
ТУ 6-09-5360	2

8. Переиздание 1994 г. с Изменением № 1.

Усл.печ.л.4, Тираж 200.Заказ № 49
ПМБ ВТИ
Москва, Автозаводская,д.I4/23

gost.e-ecolog.ru