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.034:546.56.03 ОСТ 34-70-953.5-88

С Т А Н Д А Р Т О Т Р А С Л И

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. Методы определения меди

ОКСТУ 0109 Л19

Дата введения 1988.10.01

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает методы определения меди в питательной воде и ее составляющих (конденсатах и добавочной воде), в обессоленной воде и в котловых водах

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.I-88.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

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

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

стаканы В-I250 ТХС;

Издание официальное © ВТИ, I988

колбы мерные вместимостью 50, 250, 500 и 1000 $см^3$;

колбы конические с пришлифованными пробками и без пробок вместимостью 200-250 и 500 $см^3$;

бюретки для титрования вместимостью 25 $см^3$;

склянки с пришлифованными пробками и без пробок вместимостью 0,5; 1,0; 2,0 и 5,0 $дм^3$;

пипетки измерительные градуированные и без промежуточных делений на 1,2,5,10,20,25,50 и 100 $см^3$;

палочки и бусинки стеклянные разных размеров;

воронки делительные вместимостью 0,5; 1,0 и 2,0 $дм^3$;

сосуды полиэтиленовые с двойными крышками вместимостью 1 $дм^3$;

свинец уксусно-кислый х.ч.;

хлороформ х.ч.;

натрия диэтилдитиокарбаминат х.ч.;

кислота соляная х.ч.;

кислота азотная х.ч.;

аммиак водный х.ч.;

калий азотнокислый х..ч.;

аммоний азотнокислый х.ч.;

натрий азотнокислый х.ч.;

трилон Б Фиксанал - по ТУ 6-09-2540;

спирт этиловый ректификованный;

купризон - (бис-циклогексанон) оксалилдигидразон;

аммоний лимоннокислый двузамещенный х.ч.;

индикатор пентаметокси красный ч.д.а.;

вода дистиллированная - по ГОСТ 5609 или конденсат отборного пара, или конденсат турбины;

вода очищенная - по ОСТ 34-70-953.2.

Допускается применение средств измерения 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. Новые стаканы, в которых должны выпариваться пробы, необходимо предварительно проверять на чистоту. Для этого в каждом таком стакане проводят выпаривание 25 $см^3$ очищенной воды, к которым добавлена азотная кислота в количестве 1 $см^3$. Выпаривание ведут до остаточного содержания жидкости 5-7 $см^3$ (не досуха). Затем определяют содержание меди по п.4.5.

Если определенное количество меди не превышает результаты контрольной пробы (по п.4.5), то стакан считают пригодным для анализа.

3.2. Подготовка пробы

3.2.1. Пробы отбирают в стаканы, в которых затем проводится и выпаривание; в них вливают по 1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и выпаривают пробы, не допуская кипения, до конечного объема 5-7 $см^3$. Остаток жидкости должен покрывать дно стакана.

Если пробы отбираются в сосуды, в которых нельзя проводить выпаривание, то в проверенные на чистоту стаканы отбирают определенные отмеренные порции пробы из этих сосудов и далее поступают как описано выше, т.е. приливают 1 $см^3$ кислоты и выпаривают.

При выпаривании проб необходимо предохранять их от загрязнений.

Выпаренную пробу переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$; стенки стакана обмывают очищенной водой, сливая ее в ту же колбу. Общий объем раствора в колбе не должен превышать 25-30 $см^3$.

3.2.2. Пробы воды, которые могут содержать комплексообразователи - трилон, ОЭДФ и другие органические вещества, образующие с ионами меди прочные комплексы, обрабатывают для разрушения этих соединений. Для этого после прибавления 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты пробу выпаривают на водяной бане досуха. Затем вновь приливают 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и опять выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, вливают 10-15 $см^3$ очищенной воды, кипятят для удаления окислов азота и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$.

Стенки стакана, в котором проводилось выпаривание, обмывают очищенной водой, сливая обмывочную воду в ту же колбу. Общий объем жидкости в колбе не должен превышать 30 $см^3$.

4. КУПРИЗОНОВЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

4.1. Сущность м е т о д а состоит в образовании окрашенного комплекса меди с купризоном и измерении оптической плотности полученного раствора на фотоколориметре. Чувствительность определения меди - 0,5 мкг в пробе.

4.2. Приготовление рабочих растворов

4.2.1. Раствор купризона. Растворяют 0,5 г реактива в 100 $см^3$ спирто-водной (1:1) смеси, подогревая жидкость до 40-50°С. После полного растворения доводят объем до 500 $см^3$ той же спирто-водной смесью.

Реактив при хранении в склянке темного стекла, хорошо закупориваемой после каждого употребления, пригоден в течение трех месяцев.

4.2.2. Раствор лимоннокислого аммония. Растворяют 10 г двухзамещенного лимоннокислого аммония в 90 $см^3$ очищенной воды. Реактив устойчив, но часто поражается биологическими образованиями, поэтому готовить его более чем на 5-10 суток не следует.

4.2.3. Раствор аммиака. Аммиачный раствор с массовой долей 10% готовят разбавлением концентрированного раствора аммиака в 2,5 раза очищенной водой. Раствор устойчив. Его хранят в полиэтиленовом закрывающемся сосуде.

4.2.4. Индикатор. Растворяют в 50 $см^3$ этилового спирта 0,1 г пентаметоксикрасного при нагревании на водяной бане. После охлаждения объем доводят этиловым спиртом до 100 $см^3$. Реактив устойчив.

4.3. Приготовление основного и стандартных растворов

4.3.1. Основной раствор, содержащий 0,1 г/$дм^3$ меди, готовят из точной навески металлической электролитной меди. Отвесив точно 0,1 г металла, растворяют его в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$ в 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. После

полного растворения очищенной водой доводят объем жидкости в колбе до метки и тщательно перемешивают содержимое колбы. Основной раствор устойчив.

4.3.2. Для приготовления стандартного раствора, содержащего I мг/дм^3 меди, отбирают пипеткой точно I0 см^3 основного раствора в мерную колбу вместимостью I дм^3 и доводят до метки очищенной водой. Жидкость хорошо перемешивают. Стандартный раствор следует готовить перед его применением, при хранении концентрация меди в нем может изменяться.

4.4. Построение градуировочного графика

4.4.I. Построение градуировочного графика для проб, приготовленных по п.3.2.I. В пять мерных колб вместимостью по 50 см^3 вводят пипеткой I,2,3, 4 и 5 см^3 стандартного раствора, содержащего I мг/дм^3 (I мкг/см^3), что соответствует I,2,3,4 и 5 мкг меди в пробе. Объем жидкости в каждой колбе доводят очищенной водой до 25-30 см^3, добавляют по I см^3 азотной кислоты и по 3-5 капель индикатора пентаметокси красного. Жидкость окрашивается в сиренево-красный цвет, ее осторожно нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25% до обесцвечивания индикатора, вводят 3 см^3 раствора лимоннокислого аммония, I см^3 раствора аммиака с массовой долей I0% и 2,5 см^3 купризона. После введения каждого реактива жидкость перемешивают, затем доводят ее объем до метки очищенной водой и опять перемешивают.

Одновременно приготавливают 3-4 контрольных раствора тех же реактивов, но без стандартного раствора меди. Измеряют оптическую плотность всех этих контрольных растворов со светофильтр-

рами с областью светопропускания 590 нм в кюветах 50 или 100 мм. Измерения выполняют спустя 10 мин на фотоколориметре, сравнение ведут с дистиллированной водой. Из полученных при колориметрировании результатов вычисляют среднее арифметическое значение для контрольного раствора ($A_к$)

Также измеряют оптическую плотность каждого окрашенного стандартного раствора(A), ведя колориметрирование в тех же кюветах и сравнивая с дистиллированной водой.

4.4.2. Построение градуировочного графика для проб, приготовленных по п.3.2.2. В пять мерных колб вместимостью 50 $см^3$ пипеткой вводят 1,2,3,4 и 5 $см^3$ стандартного раствора, содержащего 1 $мг/дм^3$ (1 $мкг/см^3$) меди, что соответствует 1,2,3,4 и 5 мкг в пробе меди. Объемы жидкости в каждой колбе доводят очищенной водой примерно до 25 $см^3$, приливают по 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и по 3-5 капель индикатора пентаметокси-красного. Окрашенную в сиренево-красный цвет жидкость осторожно нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25% до обесцвечивания индикатора, вводят 3 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония, 1 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 10% и 2,5 $см^3$ раствора купризона. После введения каждого реактива жидкость перемешивают, затем доводят ее объем до метки очищенной водой и опять перемешивают.

Одновременно приготавливают 3-4 контрольных раствора тех же реактивов, но без стандартного раствора меди. Измеряют их оптическую плотность со светофильтрами областью светопропускания 590 нм в кюветах 50 или 100 мм на фотоколориметре. Измерения осуществляют спустя 10 мин. Сравнение ведут с дистиллированной водой. Из полученных при колориметрировании результатов вычис-

ляют среднее арифметическое значение для контрольного раствора ($A'_к$)

Также измеряют оптическую плотность каждого окрашенного стандартного раствора, ведя колориметрирование в тех же кюветах, также сравнивая с дистиллированной водой.

4.4.3. По экспериментальным данным, полученным по п.4.4.1 и п.4.4.2, строят два графика, которыми пользуются при анализе проб, полученных соответственно по п.3.2.1 и п.3.2.2. На осях абсцисс откладывают количества введенной меди (мкг), а по осям ординат соответствующие этим количествам меди значения оптической плотности (A) минус контрольные значения ($A_к$), т.е. величины ($A - A_к$) и ($A - A'_к$). По точкам проводят прямую методом наименьших квадратов по приложению А ОСТ 34.70.953.3-88.

Допускается вычисление результатов с помощью множителей, которые являются средними арифметическими значениями из величин, определенных по формулам

$$\frac{C}{A - A_к} \quad и \quad \frac{C}{A - A'_к} \qquad (1,2)$$

где C – количество меди, мкг в пробе,

A – соответствующая этому количеству оптическая плотность раствора,

$A_к$ и $A'_к$ – средние значения оптических плотностей контрольных растворов.

При замене какого-либо реактива или элемента фотоколориметра необходимо провести проверку расчетного графика по 2-3 точкам.

4.5. Проведение анализа

В подготовленные согласно п.3.2.1 и 3.2.2 пробы добавляют 3-5 капель индикатора пентаметокси-красного, окрашенную в сиренево-красный цвет жидкость обесцвечивают раствором аммиака с массовой долей 25%, вводят 3 $см^3$ раствора лимоннокислого аммония, 1 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 10% и 2,5 $см^3$ купризона. После введения каждого реактива жидкость тщательно перемешивают, затем доводят ее объем до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность (A_x) со светофильтрами с областью светопропускания 590 нм. В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду.

4.6. Обработка результатов анализа

4.6.1. Содержание меди в пробе (C_p) в микрограммах получают по градуировочным графикам, находя на оси ординат величину $(A_x - A_к)$, а по оси абсцисс отвечающее этому значению содержание меди в пробе согласно п.4.4.

Концентрацию меди (Cu) в микрограммах в кубическом дециметре анализируемой воды вычисляют по формуле

$$(Cu) = \frac{C_p \cdot 1000}{V}, \qquad (3)$$

где C_p - содержание меди в пробе, мкг, получаемое по градуировочному графику;

V - объем анализируемой воды, отобранной для анализа, $см^3$.

4.6.2. Допустимые погрешности результата определения меди фотоколориметрическим методом с купризоном с доверительной вероятностью P=0,95 указаны в таблице I.

Таблица I

Содержание меди в пробе, мкг	0,5	I,0	I,5	2,0	5,0
Погрешность определения, %	I0	5	3	2	I,5

4.6.3. Результаты определения округляют до десятых долей числа.

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

5. ЭКСТРАКЦИОННЫЙ ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМИНАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

5.I. Сущность метода, применимого для анализа вод, содержащих менее 3-5 мкг/дм^3 меди, состоит в экстрагировании меди диэтилдитиокарбаминатом свинца, растворенным в хлороформе и измерении оптической плотности полученного хлороформного раствора на фотоколориметре. Чувствительность определения меди этим методом зависит от объема воды, использованного для экстрагирования. В экстракте можно определить до 0,I мкг меди.

5.2. Приготовление рабочего раствора

Хлороформный раствор диэтилдитиокарбамината свинца. Растворяют 0,I г уксуснокислого свинца в 5 см^3 очищенной воды и при-

ливают 5 $см^3$ раствора азотнокислого калия с массовой долей 10%. Отдельно готовят раствор 0,1 г диэтилдитиокарбамината натрия в 5 $см^3$ очищенной воды. Оба раствора сливают в делительную воронку вместимостью 0,5 $дм^3$ и хорошо перемешивают взбалтыванием. Затем вливают в эту делительную воронку 300 $см^3$ хлороформа и энергично взбалтывают содержимое. Образовавшийся вначале белый осадок диэтилдитиокарбамината свинца растворяется в хлороформе с образованием бесцветного раствора. Этот раствор отделяют от водного слоя, фильтруют через сухой беззольный фильтр, доводят до 500 $см^3$ чистым хлороформом.

Хранят раствор в хорошо закупоренной склянке темного стекла в защищенном от прямых лучей света месте. Реактив при этих условиях хранения устойчив. Если он помутнел, то следует приготовить свежий.

5.3. Приготовление стандартного раствора меди

Из основного раствора, приготовленного по п.4.3.1, готовят разбавлением раствор, содержащий 1 $мг/дм^3$ меди; 10 $см^3$ приготовленного раствора в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ доливают до метки очищенной водой и тщательно перемешивают. Полученный стандартный раствор содержит меди 0,1 $мкг/см^3$, его используют в день приготовления.

5.4. Построение градуировочного графика

В шесть полиэтиленовых сосудов с двойными крышками вместимостью по 1 $дм^3$ вносят 1,2,3,5,10 и 20 $см^3$ стандартного раствора, приготовленного по п.5.3, доливают до 500 $см^3$ очищенной

воды, по 10 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 10% и по 10 $см^3$ хлороформного раствора диэтилдитиокарбамината свинца. Жидкости в упомянутых сосудах интенсивно взбалтывают в течение 15 мин, затем переливают в делительные воронки, дают расслоиться и сливают хлороформный слой через сухие беззольные фильтры в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$. Водный слой возвращают в те же сосуды, в них вливают новую порцию хлороформного раствора диэтилдитиокарбамината свинца и повторяют интенсивное взбалтывание в течение 10 минут. Переливают в те же делительные воронки, дают расслоиться и сливают хлороформный раствор через тот же фильтр в ту же колбу. Доводят объемы хлороформных экстрактов чистым хлороформом до метки во всех колбах, перемешивают и определяют оптическую плотность *(А)* этих растворов на фотоколориметре со светофильтрами областью светопропускания 440 нм.

Одновременно в 3-4 таких же полиэтиленовых сосуда вводят все реактивы и очищенную воду, но без растворов, содержащих медь, и проводят экстрагирование и последующее колориметрирование как это описано выше. При колориметрировании применяют кюветы длиной 100 мм, прикрывая их стеклышками, предохраняющими сильное испарение хлороформа. Во всех случаях в качестве растворов сравнения используют дистиллированную воду. Из результатов колориметрирования 3-4-х контрольных проб получают среднее арифметическое.

По полученным точкам строят градуировочный график методом наименьших квадратов по приложению А ОСТ 34-70-953.3-88. Допускается вычисление результатов с помощью множителей по п.4.4.3.

5.5. Проведение анализа

Отмеренный объем (не менее 500 $см^3$) анализируемой воды помещают в полиэтиленовый сосуд, снабженный двойной крышкой, вводят 10 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 10% и 10 $см^3$ хлороформного раствора диэтилдитиокарбамината свинца, хорошо закупоривают и взбалтывают 15 минут.

Затем переливают содержимое сосуда в делительную воронку и дают жидкости расслоиться. Хлороформный раствор фильтруют через сухой беззольный фильтр в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, а водный слой возвращают в полиэтиленовый сосуд, вводят новую порцию 10 $см^3$ хлороформного раствора диэтилдитиокарбамината свинца и повторяют взбалтывание еще 10 мин. После этого переливают жидкость в ту же делительную воронку, дают расслоиться, сливают хлороформный слой через тот же фильтр в ту же мерную колбу, доливают объем чистым хлороформом до метки, перемешивают.

Затем измеряют оптическую плотность раствора (A_x) на фотоколориметре со светофильтром с областью светопропускания 440 нм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. Колориметрируют в кюветах 100 мм, прикрывая их стеклышками.

5.6. Обработка результатов

5.6.1. Пользуясь градуировочным графиком, находят по оси ординат величину, отвечающую разности $(A_x - A_c)$, а по ней на оси абсцисс содержание меди в микрограммах.

Содержание меди в пробе (C) получают по формуле, приведенной в п.4.6.

5.6.2. Допустимые погрешности результата определения меди экстракционным диэтилдитиокарбаминатным методом с доверительной вероятностью P=0,95 указаны в таблице 2.

Таблица 2

Содержание меди в пробе, мкг	0,1	0,2	0,3	0,5
Погрешность определения, %	20	15	10	5

5.6.3. Результаты определений округляют до сотых долей числа.

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

6.ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

6.1. Сходимость

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

6.2. Воспроизводимость

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

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.Кадинина; О.М.Штерн; С.Ю.Петрова; Г.К.Корицкий; Л.Н.Федешева
4. ЗАРЕГИСТРИРОВАН В Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 8415815 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 меди (раздел 14)
7. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 3658-70	2
ГОСТ 6709-72	2
ОСТ 34-70-953.1-88	1
ОСТ 34-70-953.2-88	2
ОСТ 35-70-953.3-88	4.4.3; 4.6.4; 5.4

8. Переиздание с 1994 г. с Изменением № 1

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

gost.e-ecolog.ru