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.034:543.06 ОСТ 34-70-953.3-88

С Т А Н Д А Р Т О Т Р А С Л И

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИДРАЗИНА

ОКСТУ 0I09 Л19

Дата введения I988.I0.0I

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает фотометрический метод определения гидразина в исходных водах, в питательной воде и составляющих ее конденсатах, в котловых, циркулирующих в системе охлаждения и теплофикационных водах.

Сущность метода состоит в измерении оптической плотности окрашенного соединения, образующегося при взаимодействии гидразина с парадиметиламинобензальдегидом.

Чувствительность определения гидразина в пробе составляет 0,2 мкг.

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.I

Издание официальное © ВГИ, I988 г.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотоколориметр типа КФК-2 или аналогичного типа с набором кювет, толщиной колориметрируемого слоя до 100 мм и набором светофильтров или спектрофотометр;

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

бюретки для титрования вместимостью 25 $см^3$;

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

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

колбы конические с притертыми пробками вместимостью 250 и 300 $см^3$;

парадиметиламинобензальдегид чистый;

кислота серная х.ч.;

калий йодистый, х.ч.;

иод кристаллический ч.д.а. или фиксанал;

натрия тиосульфат ч.д.а. или фиксанал;

гидразин сернокислый ч.д.а. - по ГОСТ 5841 или гидразин солянокислый ч.д.а. - по ГОСТ 22159;

крахмал растворимый - по ГОСТ 10163;

кислота сульфаминовая х.ч.;

натрия гидроокись х.ч.;

вода дистиллированная;

вода очищенная - по ОСТ 34-70-953.2.

Допускается применение средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристи-

ками не хуже, а реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

3.1. Приготовление рабочих растворов

3.1.1. Раствор парадиметиламинобензальдегида

Растворяют 30 г парадиметиламинобензальдегида в 250 $см^3$ серной кислоты с массовой долей 10%, приготовленной на очищенной воде. Объем раствора после полного растворения парадиметиламинобензальдегида доводят до 500 $см^3$ серной кислотой той же концентрации. Серную кислоту с массовой долей 10% готовят, вливая в 800 $см^3$ очищенной воды 60 $см^3$ концентрированной серной кислоты и доводя объем до 1 $дм^3$ очищенной водой. Раствор устойчив.

3.1.2. Раствор иода концентрации с $(1/2\,J_2) = 0{,}1$ моль/$дм^3$ (0,1 н) готовят из фиксанала, а раствор иода концентрации с $(1/2\,J_2) = 0{,}01$ моль/$дм^3$ готовят разбавлением раствора иода концентрации с $(1/2\,J_2) = 0{,}1$ моль/$дм^3$ точно в 10 раз непосредственно перед употреблением. Для этого 10 $см^3$ раствора иода концентрации с $(1/2\,J_2) = 0{,}1$ моль/$дм^3$ вливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают очищенной водой до метки и перемешивают.

Раствор йода с массовой долей 0,1% хранят в склянке темного стекла; он устойчив в течение года.

3.I.3. Растворы тиосульфата натрия 0,I моль/дм^3 готовят из фиксанала, а 0,0I моль/дм^3 готовят разбавлением 0,I моль/дм^3 точно в I0 раз непосредственно перед употреблением. Для этого I0 см^3 0,I раствора тиосульфата натрия вливают в мерную колбу вместимостью I00 см^3, доливают очищенной водой до метки и перемешивают.

Раствор тиосульфата натрия должен быть защищен от доступа угольной кислоты. При этом условии раствор устойчив в течение года.

3.I.4. Раствор крахмала с массовой долей I%. Размешивают I г крахмала примерно в 20 см^3 дистиллированной воды и вливают эту жидкость в 80 см^3 кипящей дистиллированной воды. Раствор пригоден в течение двух суток.

3.I.5. Раствор натрия гидроокиси концентрации с $(NaOH)$ = I моль/дм^3. Растворяют 4 г в 96 см^3 очищенной воды. Раствор должен быть защищен от доступа угольной кислоты.

3.I.6. Раствор серной кислоты концентрации с $(1/2\,H_2SO_4)$ = I моль/дм^3. В 970 см^3 очищенной воды осторожно вливают 30 см^3 концентрированной серной кислоты. Раствор устойчив.

3.I.7. Раствор сульфаминовой кислоты массовой долей 5%. Растворяют в 95 см^3 очищенной воды 5 г сульфаминовой кислоты. Раствор устойчив.

3.2. Приготовление основного и стандартных растворов

3.2.1. Основной раствор гидразина, содержащий примерно 0,1 г/дм^3, готовят, растворяя в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 0,41 г сернокислого гидразина или 0,33 солянокислого гидразина и очищенной водой доводят объем до метки, после чего тщательно перемешивают.

Основной раствор гидразина следует хранить в плотно закупоренной емкости, так как он постепенно окисляется кислородом воздуха.

Перед употреблением следует проверить титр. Для этого 10 см^3 раствора гидразина вливают в коническую колбу, снабженную притертой пробкой, приливают очищенную воду примерно до 100 см^3, вводят 5-6 см^3 раствора натрия гидроокиси концентрации с $(NaOH) = \sim 1$ моль/дм^3, перемешивают и сейчас же добавляют 20 см^3 раствора иода концентрации с $(1/2\,J_2) = 0{,}01$ моль/дм^3. Колбу закрывают пробкой, раствор взбалтывают и оставляют в темноте на 2-3 мин. После этого вливают 10 см^3 раствора серной кислоты концентрации с $(1/2\,H_2SO_4) = \sim 1$ моль/дм^3 и титруют непрореагировавший с гидразином иод раствором тиосульфата натрия концентрации с $(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}01$ моль/дм^3.

Крахмальный раствор используют только в конце титрования, когда окраска титруемой жидкости станет слабо желтой. Анализ выполняют не менее чем для трех проб.

Параллельно проводят анализ "холостой" пробы, т.е. в 100 см^3 очищенной воды вводят все реактивы в том же порядке и

затем оттитровывают йод тиосульфатом натрия.

Титр основного раствора гидразина (T) в миллиграммах на кубический сантиметр вычисляют по Формуле

$$T = \frac{(a_1 - a_2) \cdot N \cdot 8}{V} = (a_1 - a_2) \cdot 8 \cdot 10^{-3}$$

где a_1, a_2 - расходы раствора тиосульфата натрия концентрации с $(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}01$ моль/дм^3 на титрование соответственно холостой и анализируемой проб, см^3;

N - концентрация раствора тиосульфата натрия ($N = 0{,}01$).

8 - эквивалент гидразина при реакции с йодом;

V - объем раствора гидразина, взятый для анализа ($V = 10$ см^3).

Титр основного раствора гидразина вычисляется как среднее арифметическое значение результатов всех отдельных проб.

8.2.2. Стандартный раствор гидразина, содержащий 1 мг/дм^3, готовят разбавлением основного раствора.

Для этого отбирают пипеткой с делением объем основного раствора равный (1:Т) см^3, помещают этот объем в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят очищенной водой до метки и тщательно перемешивают.

Полученный стандартный раствор, содержащий 1 мг/дм^3 гидразина, неустойчив, его следует приготавливать непосредственно перед употреблением.

3.3. Построение градуировочного графика

3.3.1. В шесть мерных колб вместимостью по 50 $см^3$ пипеткой вводят 1,2,3,10 и 20 $см^3$ стандартного раствора, содержащего 1 $мг/дм^3$ (1 $мкг/см^3$) гидразина, что соответствует 1,2,3,5,10 и 20 мкг гидразина. Объем жидкости в каждой колбе доводят очищенной водой примерно до 30 $см^3$, приливают по 2,5 $см^3$ сернокислотного раствора парадиметиламинобензальдегида, хорошо перемешивают и доливают очищенной водой до метки. Хорошо перемешивают

Через 2-3 минуты измеряют оптическую плотность растворов (A) со светофильтрами областью светопропускания 400 нм в кюветах длиной 50 мм. Сравнение ведут с дистиллированной водой.

Одновременно готовят 3-4 контрольных раствора, для чего в такие же мерные колбы вливают по 30 $см^3$ очищенной воды, по 2,5 $см^3$ сернокислотного раствора парадиметиламинобензальдегида, доливают до метки очищенной водой, перемешивают.

Через 2-3 минуты измеряют оптическую плотность $(A_к)$ этих растворов со светофильтрами областью светопропускания 400 нм в кюветах длиной 50 мм. Сравнение ведут с дистиллированной водой. Из полученных при этом результатов составляют среднее арифметическое.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают содержания гидразина в пробах C в микрограммах (обязательное приложение), а по оси ординат отвечающие им величины $(A-A_к)$ По полученным точкам методом наименьших квадратов проводят прямую (приложение А).

Допускается вычисление результатов с помощью множителя, определяемого по формуле

$$\frac{C}{A-A_к}, \qquad (1)$$

где C - количество гидразина в пробе, мкг;

A - соответствующая этому количеству величина оптической плотности;

$A_к$ - величина оптической плотности контрольного раствора.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вливают 40 $см^3$ анализируемой воды, если ожидаемое содержание гидразина в ней не более 150 мкг/$дм^3$. При больших содержаниях гидразина в колбу вводят меньшие объемы, доливая очищенной водой примерно до 40 $см^3$ и тщательно перемешивая. В приготовленную таким образом пробу вливают 2,5 $см^3$ сернокислого раствора парадиметиламинобензальдегида, доводят до метки очищенной водой, перемешивают и через 2-3 мин измеряют оптическую плотность (A_x) на фотоколориметре при длине волны 400 нм в кюветах с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду.

4.2. Если анализируемая вода содержит нитриты, то их разрушают сульфаминовой кислотой, прибавляя 1 $см^3$ раствора кислоты с массовой долей 5% к пробе анализируемой воды за 15 мин перед вводом парадиметиламинобензальдегида.

4.4. При наличии в анализируемой воде, кроме гидразина, веществ, реагирующих с парадиметиламинобензальдегидом с образованием окрашенных соединений, их влияние устраняют обработкой пробы воды йодом. С этой целью отбирают две одинаковые пробы воды и в одну из них вводят несколько капель раствора йода до появления отчетливой желтоватой окраски. Через минуту избыток йода связывают добавлением раствора тиосульфата (до обесцвечивания пробы). Затем к обеим пробам прибавляют реактивы, в соответствии с п.3.4.1 и измеряют оптическую плотность второй пробы по отношению к первой.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5.1. Пользуясь градуировочным графиком, получают содержание гидразина в колориметрируемой пробе. Для этого из оптической плотности раствора пробы (A_x) вычитают оптическую плотность контрольного раствора ($A_к$). Полученную разность ($A_x - A_к$) находят по оси ординат и по ней содержание гидразина ($C_р$) в пробе. Концентрацию гидразина (N_2H_4) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(N_2H_4) = \frac{C_р}{V}$$

где V - объем воды, введенной в колбу, см^3;

$C_р$ - содержание гидразина в пробе, мкг, получаемое по градуировочному графику.

5.2. Допустимые погрешности результата определения гидразина с применением парадиметиламинобензальдегида (с доверительной вероятностью P =0,95), указаны в таблице I.

Таблица I

Содержание гидразина в пробе, мкг	0,2-0,5	0,5-I,0	I,0-3,0	3,0-8,0
Погрешность определения, %	50	40	I5	5

5.3. Результаты определений округляют до сотых долей числа.

5.4. Форма журнала записи результатов анализа приведена в приложении Б.

6.ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

6.I. 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 на одной пробе признаются достоверными (с доверительной вероятностью P=0,95), если расхождение между ними не превышает 0,0I показаний шкалы оптической плотности прибора.

7. ТРЕБОВАНИЯ К ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ

Гидразин является токсичным веществом. Необходимо полностью исключить возможность попадания соединений гидразина и его концентрированных растворов в рот и желудочно-кишечный тракт.

При попадании соединений гидразина и его растворов на кожные покровы иногда возникает зуд и экзематозное раздражение. Поэтому следует немедленно смыть водой попавшие на кожные покровы соединения гидразина и его растворы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
Обязательное

ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА МЕТОДОМ НАИМЕНЬШИХ КВАДРАТОВ

I. Для построения градуировочного графика методом наименьших квадратов используют зависимости между значениями известных концентраций в пробе $(C_1, C_2, C_3 \ldots C_n)$ и соответствующими им значениями показаний фотоколориметра

$$A_1 = a + bC_1$$
$$A_2 = a + bC_2$$
$$A_n = a + bC_n$$

Значения параметров (a, b), которые бы наилучшим образом удовлетворяли каждой зависимости, вычисляют по формуле

$$a = \frac{\Sigma C^2 \cdot \Sigma A - \Sigma C \cdot \Sigma CA}{n\Sigma C^2 - (\Sigma C)^2} \qquad (A1)$$

$$b = \frac{n\Sigma CA - \Sigma C \cdot \Sigma A}{n\Sigma C^2 - (\Sigma C)^2} \qquad (A2)$$

Подставляя значения (a) и (b) в формулы А1 и А2, получаем $A_{выч.}$ для каждого из проведенных n измерений.

Градуировочный график строится по точкам $(C_1, C_2, C_3 \ldots C_n)$ и $(A_{1выч}, A_{2выч}, A_{3выч}, \ldots A_{nвыч})$

2. Пример вычисления

Результаты n измерений, полученные по п.3.3.1 и вычисленные значения слагаемых формул (2) и (3), располагают в таблице I.

Таблица I

n	C	C^2	A	CA	$A_{выч.}$
I	I	I	0,092	0,092	0,0996
2	2	4	0,I93	0,386	0,I856
3	3	9	0,272	0,8I6	0,27I6
4	5	25	0,447	2,235	0,4436
5	7	49	0,6I2	4,482	0,6I56
Σn	ΣC	ΣC^2	ΣA	ΣCA	
5	I8	88	I,6I6	7,8I8	
$(\Sigma C)^2$					
324					

Подставляя значения Σn, ΣC, ΣC^2, ΣA, ΣCA, $(\Sigma C)^2$ в формулы (2) и (3), вычисляют параметры (а) и (в), а затем по формулам (I) определяют значения $A_{выч.}$ по каждому из n измерений.

Для построения градуировочного графика откладывают на оси абсцисс содержание гидразина в пробах (С) в микрограммах, а по оси ординат значения $A_{выч.}$ для каждого из n измерений. По полученным точкам строят график.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Рекомендуемое

ФОРМА ЖУРНАЛА ДЛЯ ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗОВ

Т и т у л ь н ы й л и с т:

_____

(предприятие)

_____

(лаборатория)

ЖУРНАЛ

РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗОВ

ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ВОД

Наименование компонентов	Метод анализа
Гидразин,	ОСТ 34-70-953.3-88
Железо,	ОСТ 34-70-953.4-88
Медь,	ОСТ 34-70-953.5-88
Кремниевая кислота	ОСТ 34-70-953.6-88

Примечание. На титульном листе перечисляют все вещества, определяемые в производственных водах и дают ссылку на метод их анализа.

Первая и последующие страницы журнала

Дата отбора пробы _____ Смена _____

I. РЕЗУЛЬТАТЫ АНАЛИЗОВ

Место отбора проб	Содержание компонентов (химические символы и единицы измерения)	
	сульфосалицило-вый метод	купризоновый метод

2. Отклонения, проявившиеся в ходе анализа:

Заведующий лабораторией _____ _____
подпись фамилия

Анализ провел _____ _____ _____
должность подпись фамилия

Примечание. 1. Перечень компонентов дан примерно.
Таблица может быть продолжена на следующей странице, в зависимости от количества определяемых компонентов.
2. При определении компонентов другими методами выбранный метод указывается в соответствующей графе.

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; Г.К.Корицкий, Л.Н.Федешева

4. ЗАРЕГИСТРИРОВАНЫ В Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 84I4793 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 гидразина (раздел 29)

7. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 4759-79	2
ГОСТ 5841-74	2
ГОСТ 6709-72	2
ГОСТ 10163-76	2
ГОСТ 22159-76	2
ОСТ 34-70-953.1-88	1
ОСТ 34-70-953.2-88	2

8. ПЕРЕИЗДАНИЕ 1994 г. с Изменениями № 1 и № 2.

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

gost.e-ecolog.ru