ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ И КОТЕЛЬНЫХ

ОТРАСЛЕВЫЕ СТАНДАРТЫ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА

Определение взвешенных веществ, сухого и прокаленного остатка, цинка, хлоридов, нитритов, нефтепродуктов

ОСТ 34-70-953.13—90 ÷ ОСТ 34-70-953.18—90

Издание официальное

Москва 1993

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.182.1:546 Л 09

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.

ОСТ 34-70-953.15—90

Метод определения цинка

ОКСТУ 0109

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды электростанций и устанавливает фотометрический метод определения цинка в питательной и котловой водах.

Сущность метода состоит в измерении оптической плотности окрашенного соединения, образующегося при взаимодействии цинка с сульфарсазеном.

Чувствительность метода — 0,5 мкг цинка в пробе.

Метод может быть использован при анализе вод атомных электростанций.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб по ОСТ 34-70-953.1—88.

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 II класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88;

эксикатор с вкладышем по ГОСТ 25336—82;

пипетки измерительные градуированные и без промежуточных делений на 1, 2, 5, 10, 20, 25, 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 20292—74;

колбы мерные вместимостью 50, 250, 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336—82;
кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118—77;
сульфарсазен по ТУ-6-09-4681—78;
аммиак водный х.ч. по ГОСТ 3760—79;
кислота винная ч.д.а. по ГОСТ 5817—77;
кислота лимонная, пищевая по ГОСТ 908—79;
цинк окись х.ч. по ГОСТ 10262—73;
вода очищенная по ОСТ 34-70-953.2—88.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

3.1. Приготовление рабочих растворов

3.1.1. Раствор сульфарсазена

Растворяют 0,05 г индикатора в 100 $см^3$ очищенной воды, к которой добавлено 2—3 капли аммиака с массовой долей 10%. Раствор хранят в защищенном от света месте. Раствор устойчив 7 суток.

3.1.2. Раствор винной кислоты с массовой долей 10%.

Растворяют 10 г реактива в 90 $см^3$ очищенной воды. Раствор устойчив в течение 15 суток. Хранят его в склянке с плотно закрывающейся пробкой в прохладном месте.

3.1.3. Раствор лимонной кислоты с массовой долей 10%.

Растворяют 10 г реактива в 90 $см^3$ очищенной воды. Раствор устойчив в течение 15 суток. Хранят его в склянке с плотно закрывающейся пробкой в прохладном месте.

3.1.4. Раствор аммиака с массовой долей 10% готовят разбавлением крепкого аммиака, концентрацию которого проверяют ареометром. Такой раствор готовят каждый раз перед приготовлением буферной смеси.

3.1.5. Буферная смесь (pH=9,5).

Смешивают 20 $см^3$ раствора лимонной кислоты с массовой долей 10%, 80 $см^3$ раствора винной кислоты с массовой долей 10% и 40 $см^3$ свежеприготовленного раствора аммиака с массовой долей 10%. Смесь хранят в хорошо закрывающейся склянке в течение 7 суток.

3.2. Приготовление основного и стандартного растворов

3.2.1. Основной раствор цинка концентрации 100 мг/кг готовят, растворяя в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ 0,1245 г прокаленной при 800—900 °С и охлажденной в эксикаторе окиси цинка в 10—15 $см^3$ соляной кислоты, после полного растворения очищенной водой доливают объем до метки и хорошо перемешивают. Раствор устойчив. Допускается приготовление основного раствора цинка по ГОСТ 4212—76.

3.2.2. Стандартный раствор, концентрации 1 мг/кг цинка, готовят разбавлением основного раствора в 100 раз, подкисляя его до pH ~3,0 соляной кислотой. Если основной раствор цинка был приготовлен по ГОСТ 4212—76, то стандартный раствор, готовят разбавлением основного раствора в 1000 раз. Раствор неустойчив пригоден в день приготовления

3.3. *Построение градуировочного графика*

В шесть мерных колб вместимостью по 50 $см^3$ отбирают 1, 2, 3, 5, 10$см^3$ стандартного раствора цинка. Объем жидкости в каждой колбе доливают очищенной водой примерно до 40 $см^3$, затем вводят по 2 $см^3$ буферной смеси и по 0,5 $см^3$ раствора индикатора сульфарсазена, перемешивают, доливают очищенной водой до метки и опять перемешивают. Одновременно готовят контрольную пробу, для чего в такую же мерную колбу вливают 40 $см^3$ очищенной воды, 2 $см^3$ буферной смеси и 0,5 $см^3$ индикатора сульфарсазена, доливают до метки очищенной водой и перемешивают.

Через 1—2 мин измеряют оптическую плотность растворов со светофильтрами областью светопропускания 490 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм относительно контрольной пробы. Выполняют не менее 3 параллельных определений для каждой концентрации.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают содержание цинка в пробах (мкг), а по оси ординат соответствующие им значения оптической плотности (А). По полученным точкам проводят прямую по методу наименьших квадратов по ОСТ 34-70-953.3—88.

Допускается вычисление результатов с помощью множителя, определяемого по формуле

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

где m — масса цинка в пробе, мкг; А — среднее значение оптической плотности, соответствующее этой массе.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. *В мерную* колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят такой объем анализируемой воды, чтобы масса цинка в этой пробе была 0,5—10,0 мкг. Если анализируемая вода содержит меньше 12,0 мкг/кг цинка, что отвечает 0,5 мкг в 40 $см^3$, то 100 $см^3$ или больший объем такой воды упаривают без подкисления в стакане термостойкого стекла до объема около 20 $см^3$ и затем этот объем переносят в мерную колбу на 50 $см^3$.

Доведя объем пробы в этой колбе очищенной водой до примерно 40 $см^3$, вводят 2 $см^3$ буферной смеси, 0,5 $см^3$ раствора индикатора, перемешивают, доводят очищенной водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора (A_x) на фотоколориметре при светофильтрах областью светопропускания 490 нм относительно контрольной пробы.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

По градуировочному графику находят массу цинка в анализируемой пробе. Полученную оптическую плотность раствора пробы (A_x) находят по оси ординат и по ней массу цинка (m) в пробе

Концентрацию цинка (Zn), в микрограммах на килограмм, вычисляют по формуле

$$(Zn) = \frac{m}{V} \cdot 10^3,$$

где V — объем анализируемой воды, $см^3$; m — масса цинка в пробе, мкг, найденная по градуировочному графику или по формуле

$m = K \cdot A_x$ по п.3.3.

Суммарная погрешность результата определения цинка с применением сульфарсазена с доверительной вероятностью P=0,95 указана в таблице.

Масса цинка в пробе, мкг	0,5	1,0	3,0	5,0	7,0
Суммарная погрешность определения, %	±36	±14	±12	±10	±5

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ Министерства энергетики и электрификации СССР от 02.10.90 № 164а

2. ИСПОЛНИТЕЛИ **Ю.М.Костикин,** 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)

3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН В Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 8434296 от 01.04.91

4. Срок первой проверки — 1996 г., периодичность проверки — 5 лет

5. ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М.: СПО Союзтехэнерго, 1979) в части определения цинка (раздел 15)

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначения НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисление приложений
ГОСТ 908—79	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4212—76	3.2.1; 3.2.2
ГОСТ 5817—77	2
ГОСТ 10262—73	2
ГОСТ 20292—74	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ОСТ 34-70-953.1—88	1
ОСТ 34-70-953.2—88	2
ОСТ 34-70-953.3—88	3.3
ТУ 6-09-4681—78	2

©ВТИ им. Ф.Э.Дзержинского

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ
ОСТ 34-70-953.15—90

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

СОДЕРЖАНИЕ

1.ОСТ 34-70-953.13—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения взвешенных веществ	1
2.ОСТ 34-70-953.14—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения сухого и прокаленного остатка	8
3.ОСТ 34-70-953.15—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения цинка .	14
4.ОСТ 34-70-953.16—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения хлоридов	20
5.ОСТ 34-70-953.17—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения нитритов	29
6.ОСТ 34-70-953.18—90	Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения нефтепродуктов	36

Технический редактор *И.Р.Шанто*
Корректор *Н.Н.Клюева*

Подписано в печать 2.04.91. Формат 60×90¹/₁₆. Печать офсетная.
Усл.печ.л. 3,0. Тираж 1120 экз. Заказ № 119.

ПМБ ВТИ им. Ф.Э. Дзержинского.
109280, Москва, ул. Автозаводская, 14/23

УТВЕРЖДАЮ
Первый вице-президент
РАО "ЕЭС России"
В.В.Кудрявый
01 1996 г.

Изменение № I ОСТ 34-70-953.15-90. ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. Метод определения цинка

Дата введения 1996-07-01

Раздел 2 и Информационные данные. Заменить ссылки: ГОСТ 20292-74 на ГОСТ 29227-91, ТУ 6-09-4681-78 на ТУ 6-09-4681-88.

Раздел 5 дополнить новыми пунктами 5.2 и 5.3:

"5.2 Результаты определений округляют до сотых долей.

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

Дополнить новым разделом 6:

"6 ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

6.1 С х о д и м о с т ь

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

6.2 В о с п р о и з в о д и м о с т ь

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 0,01 показаний шкалы оптической плотности прибора".

gost.e-ecolog.ru