ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ И КОТЕЛЬНЫХ

ОТРАСЛЕВЫЕ СТАНДАРТЫ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА

Определение ЭДТА и ее солей, сульфатов, свободной угольной кислоты

ОСТ 34-70-953.19—91 ÷ ОСТ 34-70-953.21—91

Издание официальное

Москва 1991

gost.e-ecolog.ru

УДК 628.1.034:543.06 Л I9

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения свободной угольной кислоты

ОКСТУ 2109

ОСТ 34-70-953.2I-9I

Дата введения с 0I.07.92

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает методы определения свободной угольной кислоты в Н-катионированной воде до и после декарбонизатора, в обессоленной воде, в конденсате пара, в питательной после деаэрации и грунтовых водах.

Метод основан на количественном переводе угольной кислоты (CO_2) в ионы (HCO_3^-) при титровании пробы щелочью до pH = 8,4 в присутствии индикатора фенолфталеина.

Чувствительность метода – I мг/дм^3 (CO_2).

I. ОТБОР ПРОБ

I.I. Для питательной воды после деаэрации и конденсатов пара с концентрацией свободной угольной кислоты менее 2 мг/кг

Издание официальное

© ЭТИ им.Ф.Э.Дзержинского,I99I

Для отбора пробы собирают прибор, показанный на черт. I. Колбу I присоединяют трубкой 2 к отборной точке и заполняют колбу I анализируемой водой, давая ей выливаться через трубку (5) в дренаж, пока через прибор не протечет шесть-семь объемов воды (черт.Iа). После этого зажимы (3) и (6) закрывают и переносят колбу в лабораторию, где присоединяют колонку Фрезениуса (7), заполненную аскаритом (черт. IБ). Затем, открыв зажимы (3) и (6), сливают анализируемую воду из колбы (I) до уровня, отмечающего объем I000 $см^3$.

I.2. Для воды природной и после декарбонизатора с концентрацией свободной угольной кислоты в пределах от 2 до I5 мг/кг (CO_2).

Отбор проб выполняется в соответствии с черт.2.

В ведро (I) помещают тарированный сосуд (2) вместимостью 250 $см^3$, в который опущена стеклянная трубка (3), соединенная резиновой трубкой с отборным штуцером (4). Через сосуд пропускают анализируемую воду, пока уровень ее не повысится на 5-I0 см выше сосуда. После этого осторожно вынимают стеклянную трубку, не прекращая поступления воды, сосуд закрывают пробкой которая должна находиться под слоем воды в ведре, закрытый сосуд вынимают из ведра и переносят в лабораторию.

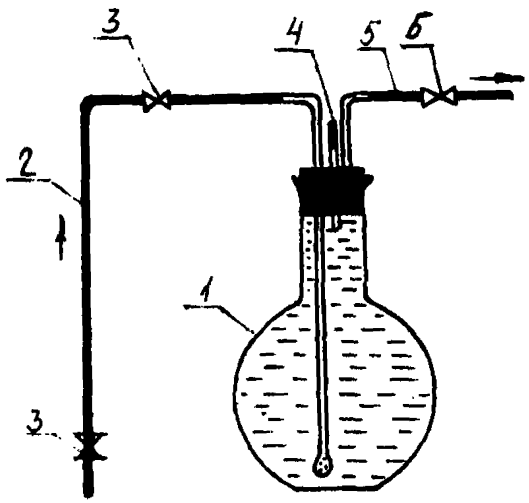
I.3. Для Н-катионированной и грунтовой вод, содержащих более I0 мг/кг (CO_2).

Отбор проб выполняется по п. I.I.

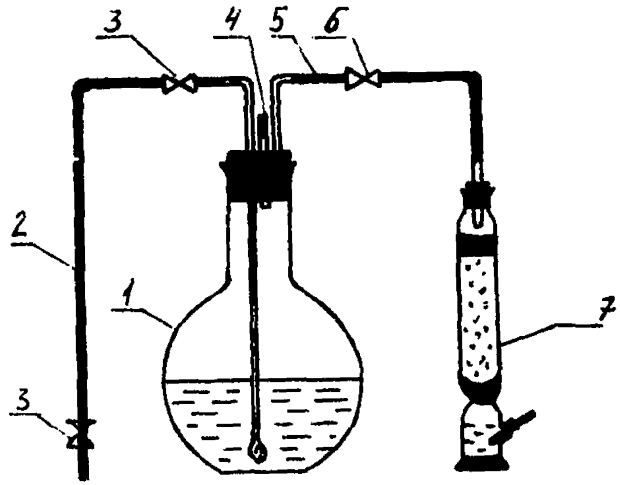
2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные - по ГОСТ 24I04 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Отбор пробы для анализа

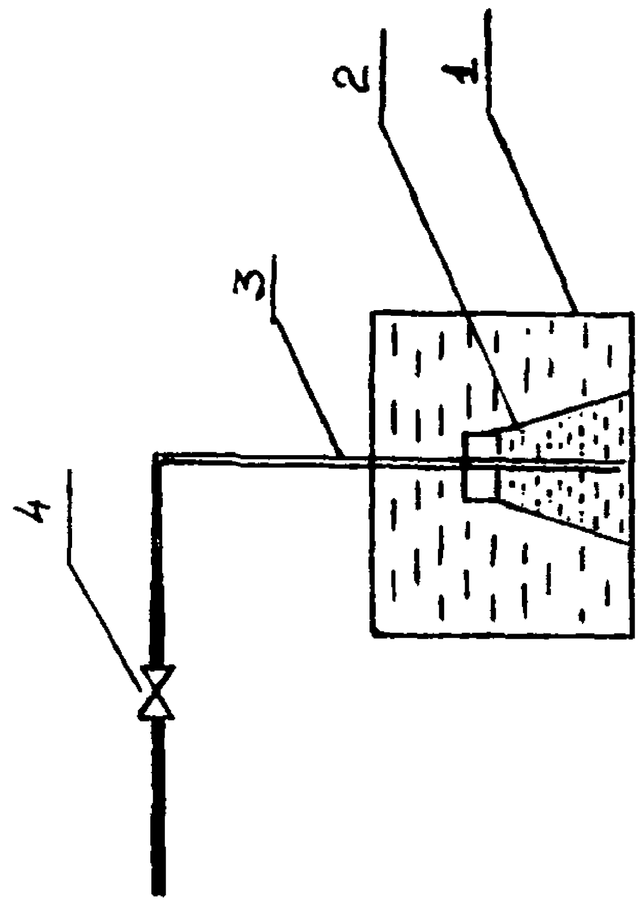


А - у пробозаборного устройства



Б - в лаборатории

Черт 1



Лист 2

Микрокомпрессор МК-1.

Бюретки - по ГОСТ 20292 вместимостью I0 и 25 $см^3$.

Пипетки - по ГОСТ 20292, вместимостью 5, I0, 25, 50 и I00 $см^3$.

Колбы мерные - по ГОСТ I770, вместимостью 250, 500 и I000 $см^3$.

Колбы конические с притертыми пробками - по ГОСТ 25336, вместимостью 250 $см^3$.

Колбы круглодонные или конические по ГОСТ 25336, вместимостью I500 и 2000 $см^3$.

Колонка Фрезениуса.

Натрия гидроокись - по ГОСТ 4328.

Бария гидроокись - по ГОСТ 4I07.

Кислота соляная - по ГОСТ 3II8.

Метиловый оранжевый - по ТУ 6-09-4530.

Трубки хлоркальциевые - по ГОСТ 25336.

Спирт этиловый ректификованный технический - по ГОСТ I8300.

Вода очищенная - по ОСТ 34-70-953.2.

Аскарит - по ТУ 6-09-4I28.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

3.I. Приготовление рабочих растворов

3.I.I. Раствор натрия гидроокиси концентрации с $(NaOH)$ = 0,I моль/$дм^3$ готовят и хранят по ГОСТ 49I9.2.

3.I.2. Раствор соляной кислоты концентрации с (HCl) = 0,I моль/$дм^3$ готовят и хранят по ГОСТ 49I9.2.

3.I.3. Раствор индикатора метилового оранжевого с массовой долей 0,I% готовят и хранят по ГОСТ 4919.2.

3.I.4. Раствор индикатора фенолфталеина с массовой долей I% готовят и хранят по ГОСТ 4919.2.

3.I.5. Насыщенный раствор бария гидроокиси. Его растворимость сильно зависит от температуры. Растворимости и щелочности для температур от I0 до 40°С представлены в табл. I.

Таблица I

Температура, °С	I0	20	30	40
Растворимость $Ba(OH)_2$ г/дм³	24,8	38,9	55,9	82,2
Растворимость $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$ г/дм³	45,66	7I,02	I02,92	I5I,34
Щелочность насыщенного раствора, мг-экв/дм³	289,47	454,04	652,47	959,44

Насыщенный раствор готовят, всыпая I0-I2 г в I00 см³ очищенной воды и периодически взбалтывая. Насыщение протекает в течение нескольких часов. Раствор должен находиться в хорошо закрытом сосуде. Затем оставляют раствор до полного его осветления. Раствор устойчив. Хранят хорошо защищенным от доступа углекислоты.

3.I.6. Рабочий раствор барита с щелочностью I0 мг-экв/дм³

В мерную колбу вместимостью I000 см³ отбирают пипеткой 20 см³ полностью осветлившегося насыщенного раствора и доливают до метки очищенной водой, предварительно освобожденной от растворенной углекислоты кипячением. Тщательно перемешивают. Раствор хранят хорошо защищенным от доступа углекислоты, ис-

пользуя хлоркальциевые трубки, заполненные аскаритом.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.I. Для вод, содержащих менее 2 мг/кг (CO_2) , необходимо концентрирование анализируемой пробы, отобранной по п.I.I, с помощью прибора, показанного на черт. 3.

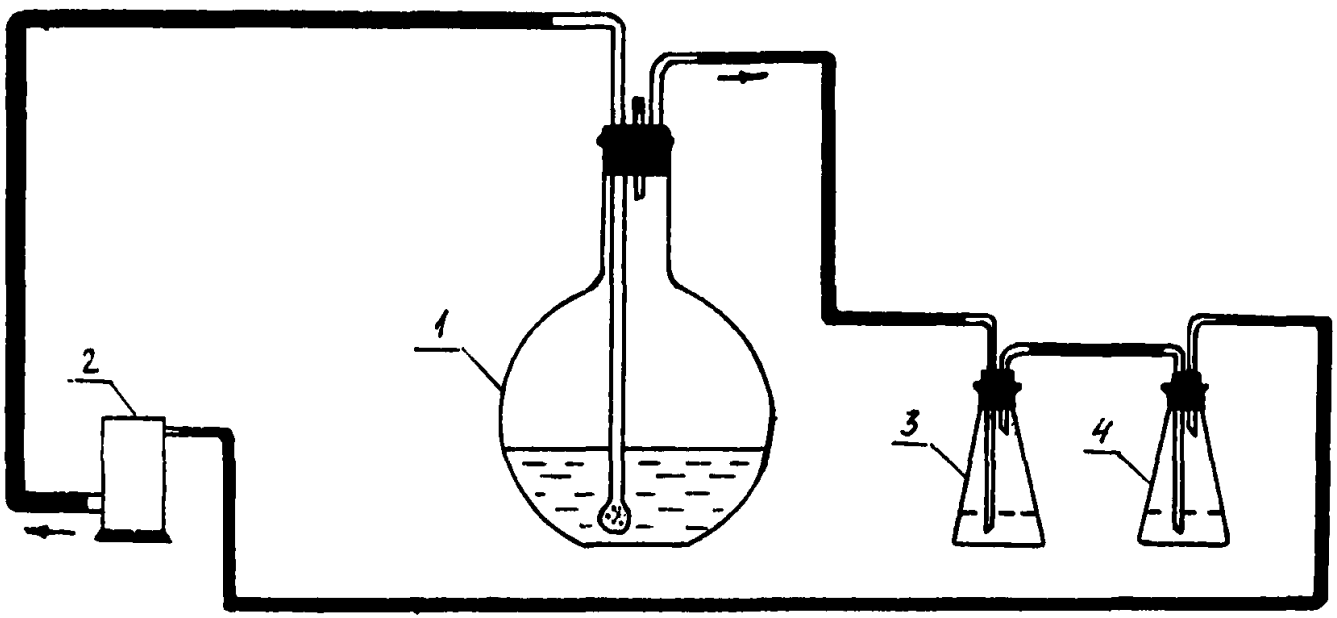
Колбу (I), снабженную плотной резиновой пробкой с двумя отверстиями, присоединяют к двум последовательно включенным поглотителям (3) и (4) и микрокомпрессору (2). Вместимость колбы (I) до 2000 $см^3$, колб (3) и (4) по 250 $см^3$ каждой. Пробки у всех колб должны быть плотными, обеспечивающими полную герметичность системы. Такими же плотными должны быть и все соединения элементов установки. Микрокомпрессор должен быть включен таким образом, чтобы при его работе обеспечивалось движение воздуха в указанном стрелками направлении.

В поглотители (3) и (4) отмеривают по 25 $см^3$ рабочего раствора барита и соединяют все элементы установки. Включают микрокомпрессор, что вызывает барботаж циркулирующего воздуха через все три колбы. При этом из анализируемой воды выделяется растворенная двуокись углерода, переносится потоком воздуха в приемники (3) и (4), где и поглощается баритом:

$$Ba(OH)_2 + CO_2 = BaCO_3 + H_2O.$$

Микрокомпрессор должен работать, осуществляя циркуляцию воздуха в приборе, в течение 2-3 часов, после чего его отключают, прибор разбирают, а избыток барита в колбах (3) и (4) оттитровывают раствором соляной кислоты. С этой целью стенки колб и концы погруженных трубочек тщательно обмывают очищенной

Прибор для определения малых количеств углекислоты



Черт 3

водой, приливают в каждую колбу по 3-5 капель раствора фенолфталеина и окрашенные в красный цвет жидкости оттитровывают раствором соляной кислоты концентрации с (HCl)= 0,I моль/дм^3 до исчезновения розовой окраски раствора.

4.2. Для вод, отбор пробы которой выполнялся по п. I.2.

В коническую колбу вливают 5 см^3 раствора натрия гидроокиси концентрации с $(NaOH)$ = 0,I моль/дм^3, 3-5 капель индикатора фенолфталеина и осторожно переливают туда же отобранную пробу, перемешивают, жидкость, окрашенную в красный цвет, титруют раствором соляной кислоты концентрации с (HCl)=0,I моль/дм^3 до полного исчезновения красного цвета.

4.3. Для вод, содержащих более I0 мг/кг (CO_2) с отбором проб по п. I.I.

4.3.I. Воды, не содержащие свободных минеральных кислот.

Освобождают от пробки отверстие (4) черт. I6, вносят через него 3-5 капель раствора фенолфталеина и, вставив в него бюретку, титруют жидкость раствором натрия гидроокиси концентрации с $(NaOH)$ = 0,I моль/дм^3 до появления слабого розового окрашивания. Появляющаяся розовая окраска часто быстро исчезает. Это обусловлено медленностью процесса гидратации (CO_2), т.е. протеканием реакции

$$CO_2 + H_2O \longrightarrow H_2CO_3$$

Для того, чтобы дать время закончиться этой реакции и выжидают 2-3 мин после появления окраски. Устойчивость ее служит свидетельством окончания процесса. Отмечают расход раствора натрия гидроокиси концентрации с $(NaOH)$ = 0,I моль/дм^3 до достижения отчетливой не исчезающей окраски индикатора.

4.3.2. Воды, содержащие свободные минеральные кислоты

В отобранную пробу, после окончания ее титрования по п. 4.3.I, через отверстие (4) вносят 3-5 капель индикатора метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты концентрации с (HCl) = 0,I моль/дм^3 жидкость, окрашенную в желтый цвет до изменения окраски в оранжевую.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.I. Концентрацию свободной угольной кислоты (CO_2) в миллиграммах на килограмм, определенную по п. 4.I, вычисляют по формуле

$$(CO_2) = 2,2\left(2a_0 - a_3 - a_4\right),$$

где a_0 - расход раствора соляной кислоты концентрации с (HCl) = 0,I моль/дм^3 на титрование 25 см^3 рабочего раствора барита, отобранных для поглотителей (3) и (4) и оттитрованных в присутствии индикатора фенолфталеина, см^3;

a_3 и a_4 - расход раствора соляной кислоты концентрации с (HCl) = 0,I моль/дм^3 на титрование остаточного количества барита в поглотителях (3) и (4), см^3;

2,2 - десятая часть эквивалентной массы (CO_2) в данной реакции.

5.2. Концентрацию свободной угольной кислоты (CO_2), определенную по п. 4.2 в миллиграммах на килограмм, вычисляют по формуле

$$(CO_2) = \frac{(5-a)\cdot 4,4}{V},$$

где a - расход раствора соляной кислоты на титрование остатка щелочи, с индикатором фенолфталеин, $см^3$;

4,4 - десятая часть эквивалентной массы (CO_2) в данной реакции;

V - объем тарированного сосуда (2), $см^3$.

5.3. Концентрацию свободной угольной кислоты (CO_2), определенную по п. 4.3.I и п. 4.3.2 в миллиграммах на килограмм, вычисляют по формулам

$$(CO_2) = a \cdot 4,4 ,$$

$$(CO_2) = a_1 \cdot 4,4,$$

где a - расход раствора натрия гидроокиси на титрование пробы, с индикатором фенолфталеином, $см^3$;

a_1 - расход раствора соляной кислоты на титрование пробы с индикатором метиловым оранжевым, $см^3$;

4,4 - десятая часть эквивалентной массы (CO_2) в данной реакции.

Суммарная погрешность результата определения свободной угольной кислоты методом концентрирования с доверительной вероятностью P = 0,95 указаны в табл. 2, а методом прямого титрования в табл. 3.

Таблица 2

Масса угольной кислоты (CO_2), мг/кг	I	5	7	I0
Суммарная погрешность, %	±50	±30	±20	±I0

Таблица 3

Масса угольной кислоты (CO_2), мг/кг	10	15	20	25	30
Суммарная погрешность, %	±15	±12	±10	±7	±5

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

I. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ Министерства энергетики и электрификации СССР от 20.09.9I № IOOа

2. 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 им.Ф.Э.Дзержинского)

3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН в Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 84356 20 от 21.10.91

4. Срок первой проверки - I997 г., периодичность проверки - 5 лет.

5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисление приложений
ГОСТ I770-74	2
ГОСТ 3II8-77	2
ГОСТ 4I07-78	2
ГОСТ 4328-77	2
ГОСТ 49I92-77	2; 3.I.I; 3.I.2; 3.I.3; 3.I.4
ГОСТ I8300-87	2
ГОСТ 20292-74	2
ГОСТ 24I04-88	2
ГОСТ 25336-82	2
ОСТ 34-70-953.2-88	2
ТУ 6-09-4I28-88	2
ТУ 6-09-4530-77	2
ТУ 6-09-5360-87	2

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

ОСТ 34-70-953.2I-9I

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

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ОСТ 34-70-953.19-91	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения ЭДТА и ее солей	1
ОСТ 34-70-953.20-91	Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения сульфатов	13
ОСТ 34-70-953.21-91	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения свободной угольной кислоты	25

Отдел научно-технической информации
РТ ВТИ Заказ № 27 Тираж 1120 экз.
Цена 17 р. 80 к.

gost.e-ecolog.ru