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.034:546.72.06

С Т А Н Д А Р Т О Т Р А С Л И

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. Методы определения железа

ОКСТУ 0I09 Л19

Дата введения I988.I0.0I

Настоящий стандарт распространяется на воды производственные тепловых электростанций и устанавливает методы определения железа в исходной воде, питательной воде и составляющих ее конденсатах, в котловых, циркулирующих в системе охлаждения и теплофикационных водах.

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.I

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;

Издание официальное © НПИ, I988 г.

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

стаканы В-I-250 ТХС;

колбы мерные вместимостью 50,250,500 и I000 $см^3$;

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; I,0; 2,0 и 5,0 $дм^3$;

пипетки измерительные градуированные и без промежуточных делений на I,2,5,I0,25,50 и I00 $см^3$;

палочки и бусинки стеклянные разных размеров;

кислота соляная х.ч.;

кислота серная х.ч.;

кислота сульфосалициловая ч.д.а.;

соль двойная сернокислого железа и сернокислого аммония (соль Мора) х.ч.;

аммония пероульфат, аммоний надсернокислый, х.ч.;

ортофенантролин основание или солянокислая соль;

аммиак водный х.ч.;

гидроксиламин сернокислый;

гидроксиламин солянокислый;

калий азотнокислый х.ч.

аммоний азотнокислый х.ч.;

натрий азотнокислый х.ч.

трилон Б фиксанал - по ТУ 6-09-2540;

бумага индикаторная "конго";

вода дистиллированная - по ГОСТ 6709 или конденсат отборного пара и конденсат турбин;

вода очищенная - по ОСТ 34-70-953.2.

Воду очищенную следует применять в случаях, специально оговоренных в разделах 3,4,5.

Допускается применение средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками, 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 соляная кислота в количестве 2 $см^3$. Выпаривание ведут до остаточного содержания жидкости 5-7 $см^3$ (не досуха). Затем определяют содержание железа по п.4.5.

Если определенное количество железа не превышает результаты контрольной пробы (п.4.4), то стакан считают пригодным для анализа.

3.2. Подготовка пробы

3.2.1. Пробы отбираются в стаканы, в которых затем проводится и выпаривание; в них вливают по 2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и выпаривают пробы, не допуская кипения, до конечного объема 5-7 $см^3$. Остаток пробы должен покрывать только дно стакана. При выпаривании пробы следует предохранять от загрязнений.

3.2.2. Пробы воды, которые могут содержать комплексообразователи - трилон, ОЭДФ и другие органические вещества, образующие с ионами железа прочные соединения, обрабатывают для разрушения этих соединений. Для этого при подготовке пробы применяют концентрированную серную кислоту вместо соляной в количестве 5 $см^3$. Выпаривание пробы ведут до отделения густых белых паров серной кислоты. Затем, не прекращая нагревания, вспаят в жидкость 0,2г кристаллического азотнокислого натрия или калия. При этом темноокрашенный раствор должен осветлиться. Если осветление не произошло, следует добавить такую же новую порцию азотнокислого натрия или калия. Осветленный раствор охлаждают до комнатной температуры, осторожно вливают 10-15 $см^3$ очищенной воды и кипятят 5-10 мин для удаления окислов азота. Остывшую пробу переливают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$.

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

4. СУЛЬФОСАЛИЦИЛАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

4.1. Сущность метода состоит во взаимодействии растворенного железа с сульфосалициловой кислотой и измерении оптической плотности образующихся при этом окрашенных растворов. Чувствительность метода - 0,5 мкг в пробе.

4.2. Приготовление рабочих растворов

4.2.1. Раствор сульфосалициловой кислоты с массовой долей 30%. Растворяют 30 г реактива в 70 $см^3$ очищенной воды.

Раствор хранят в склянке с притертой стеклянной пробкой. Срок хранения не ограничен.

4.2.2. Раствор аммиака с массовой долей 10%. Разбавляют 450 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25% очищенной водой до 1 $дм^3$. Если раствор, хранившийся в стеклянном сосуде, имеет осадок, то перед разбавлением его следует профильтровать через быстрофильтрующий бумажный беззольный фильтр "белая лента".

Раствор хранят в плотно закрытом полиэтиленовом сосуде. Срок хранения не ограничен.

4.3. Приготовление основного и стандартных растворов

4.3.1. Основной раствор, содержащий 0,1 $г/дм^3$ железа, готовят из соли Мора или железо-аммонийных квасцов. Для этого в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ вносят 0,7 г соли Мора или 0,86 г квасцов, вливают 3-5 $см^3$ концентрированной серной кислоты, 200-250 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения; затем доливают дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

4.3.1.1. Для точного определения концентрации основного раствора железа отбирают 2-3 пробы по 100 $см^3$ в конические колбы, нагревают до 80-85°С, вносят в каждую по 0,2 г персульфата аммония, перемешивают до полного растворения кристаллов и при-

ливают по 0,5 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты. Окрашенную в темно-красный цвет горячую жидкость титруют 0,05 М раствором трилона Б, приготовленным из фиксанала. Титрование горячей жидкости ведут медленно, тщательно ее перемешивая до изменения цвета в светло-желтый.

4.3.I.2. Содержание железа (Fe), определенное объемным методом в миллиграммах на кубический дециметр, вычисляют по формуле

$$(Fe) = \frac{a \cdot M \cdot K \cdot 55,85}{100} \cdot 1000 \qquad (1)$$

где a - расход титранта, $см^3$;

M - номинальная молярность раствора титранта (M =0,05);

K - поправочный коэффициент к номинальной молярности (в случае приготовления раствора трилона из фиксанала K =I);

55,85 - атомная масса железа.

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

4.3.I.3. Допустимо применить весовое определение титра приготовленного раствора железа. Отбирают 2-3 пробы по 200 $см^3$ в химические стаканы, нагревают до кипения, всыпают в каждую пробу примерно по 0,2 г персульфата аммония и добавлением раствора аммиака с массовой долей I0% до слабого запаха осаждают железо в виде гидроксида железа III $Fe(OH)_3$. Осадок отфильтровывают на беззольный быстрофильтрующий фильтр "белая лента", количественно переносят осадок на фильтр, промывают его горячей

дистиллированной водой. Затем промытый фильтр с осадком переносят во взвешенный прокаленный фарфоровый тигель, высушивают, прокаливают при 700-800°С и взвешивают.

Содержание железа (Fe), определенное весовым методом, в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(Fe) = \frac{в \cdot 0{,}6994 \cdot 1000}{200} \cdot 1000 \qquad (2)$$

где $в$ – масса осадка оксида железа в фарфоровом тигле, г;

0,6994 – пересчетный коэффициент Fe_2O_3 на Fe

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух определений, расхождения между которыми не должно превышать 2%.

Основной раствор устойчив; должен храниться в склянке с плотно пригнанной пробкой. Срок хранения не ограничен.

4.3.2. Для приготовления стандартного раствора, содержащего 1 мг/дм^3 железа, в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 отбирают объем основного раствора железа, равный 1000/(Fe), где (Fe) – содержание железа в основном растворе, мг/дм^3. Затем вливают 10 см^3 раствора серной кислоты концентрации с $(1/2\ H_2SO_4)$ = =0,1 моль/дм^3, доливают до метки очищенной водой и тщательно перемешивают.

Раствор неустойчив и должен быть использован в день приготовления.

4.4. Построение градуировочного графика

4.4.I. Построение градуировочного графика для проб, приготовленных по п.3.2.I. В шесть мерных колб вместимостью по 50 $см^3$ вводят пипеткой I,3,5,I0,I5,20 $см^3$ стандартного раствора, содержащего I $мг/дм^3$ (I $мкг/см^3$) железа, что соответствует I,3,5,I0,I5 и 20 мкг железа, добавляют по 2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и очищенной водой доливают до 30 $см^3$. Затем в каждую колбу вливают по 0,5 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты, тщательно перемешивают, добавляют по I5 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей I0%, доводят очищенной водой до метки и вновь перемешивают. Получается серия окрашенных в желто-коричневый цвет растворов.

Одновременно готовят 3-4 контрольных раствора тех же реактивов, но без стандартного раствора железа. Измеряют оптическую плотность контрольных растворов ($A_к$) на фотоколориметре со светофильтром с областью светопропускания 440 нм в кюветах 50 или I00 мм в сравнении 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.

4.4.2. Построение градуировочного графика для проб, приготовленных по п.3.2.2. В шесть мерных колб вместимостью по 50 $см^3$ вводят пипеткой I,3,5,I0,I5,20 $см^3$ стандартного раствора, содержащего I $мг/дм^3$ (I $мкг/см^3$) железа, что соответствует I,3,5, I0,I5,20 мкг железа, добавляют по 5 $см^3$ концентрированной серной

кислоты, очищенной водой объем жидкости доводят до примерно 30 $см^3$, добавляют по 0,5 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают и осторожно, малыми порциями, по стенке колбы вливают 15 $см^3$ концентрированного раствора аммиака. Жидкости дают остыть, доводят очищенной водой до метки и перемешивают. Получается серия окрашенных в желто-коричневый цвет растворов.

Одновременно готовят 3-4 контрольных раствора тех же реактивов, но без раствора железа. Измеряют их оптическую плотность со светофильтрами областью светопропускания 440 нм в кюветах 50 или 100 мм на фотоколориметре. Из полученных данных вычисляют среднее арифметическое значение $(A_к')$. Так же измеряют оптическую плотность каждого окрашенного стандартного раствора в сравнении 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 оси абсцисс откладывают количества введенного железа (мкг), а по оси ординат соответствующие этим количествам железа 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 (приложение А ОСТ 34.70.953.3-88). Допускается вычисление результатов с помощью множителей, которые являются средними арифметическими значениями из величин, определенных по формулам

$$\frac{C}{A-A_к} \quad и \quad \frac{C}{A-A_к'} \qquad (3.4)$$

где C - количество железа, мкг в пробе;

A – соответствующая этому количеству величина оптической плотности;

$A_к - A'_к$ – среднее значение оптической плотности контрольных растворов.

Из полученных значений вычисляют среднее арифметическое. На эту величину в дальнейшем следует умножать значения оптической плотности минус контрольные, получая содержание железа (мкг) в пробе.

4.5. Проведение анализа

4.5.1. В пробу, приготовленную по п.3.2.1, приливают 0,5 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, вливают 15 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 10%, доливают очищенной водой до метки и вновь тщательно перемешивают.

Оптическую плотность раствора (A_x) измеряют на фотоколориметре со светофильтром с областью светопропускания 440 нм в сравнении с дистиллированной водой.

4.5.2. В пробу, приготовленную по п.3.2.2, добавляют 0,5 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают и осторожно, малыми порциями, по стенкам колбы вливают 15 $см^3$ концентрированного раствора аммиака с массовой долей 25%. После этого дают жидкости охладиться, доливают очищенной водой до метки и тщательно перемешивают.

Оптическую плотность (A'_x) измеряют на фотоколориметре со светофильтром с областью светопропускания 440 нм в сравнении с дистиллированной водой.

4.6. Обработка результатов анализа

4.6.1. Пользуясь соответствующим градуировочным графиком, получают содержание железа в колориметрируемой пробе. Для этого из оптических плотностей растворов пробы (A_x) и (A'_x) вычитают оптические плотности контрольных растворов ($A_к$) или ($A'_к$). Полученные разности, т.е. ($A_x - A_к$) или ($A'_x - A'_к$) находят по оси ординат соответствующего градуировочного графика и по ним содержание железа (C_p) в пробе.

Концентрацию железа (Fe) в микрограммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(Fe) = \frac{C_p \cdot 1000}{V} \qquad (5)$$

где C_p – содержание железа в пробе, мкг, получаемое по градуировочному графику;

V – объем пробы воды, отобранной для анализа, $см^3$.

4.6.2. Допустимые погрешности результата определения железа сульфосалицилатным методом с доверительной вероятностью $P = 0,95$ указаны в таблице I.

Таблица I

Содержание железа в пробе, мкг	0,2-0,5	0,5-I,0	I,0-2,0	2,0-5,0
Погрешность определения, %	20-I0	I0-5	5-3	3-2

4.6.3. Результаты определений округляют до десятых долей числа.

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

5. ОРТОФЕНАНТРОЛИНОВЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

5.1. Сущность метода состоит во взаимодействии растворенного железа с ортофенантролином и измерении оптической плотности образующихся при этом окрашенных в розовый цвет растворов. Чувствительность метода - 0,2 мкг в пробе.

5.2. Приготовление рабочих растворов

5.2.1. Раствор ортофенантролина с массовой долей 0,1%. Растворяют 0,1 г солянокислого ортофенантролина или его основания в 100 $см^3$ очищенной воды, подкисленной 1 $см^3$ концентрированной соляной кислоты.

Раствор хранят в склянке темного стекла с пришлифованной пробкой. Срок хранения - не более 30 суток.

5.2.2. Раствор гидроксиламина с массовой долей 10%. Растворяют 10 г сернокислого гидроксиламина (или 9 г солянокислого гидроксиламина) в 90 $см^3$ очищенной воды. Если раствор содержит взвешенные вещества, его фильтруют.

Раствор хранят в склянке темного стекла с пришлифованной пробкой. Срок хранения - не более 14 суток.

5.3. Построение градуировочного графика

5.3.1. Построение градуировочного графика для проб, приготовленных по п.3.2.1. В шесть мерных колб вместимостью по 50 $см^3$ вводят пипеткой 1,2,4,6,8 и 10 $см^3$ стандартного раствора, содержащего 1 $мг/дм^3$ (1 $мкг/см^3$) железа, что соответствует 1,2,4,6,8 и 10 мкг железа, добавляют 2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и очищенной водой доливают примерно до 30 $см^3$. Затем последовательно приливают по 1 $см^3$ раствора гидроксиламина и 2,5 $см^3$ раствора ортофенантролина, перемешивая растворы после добавления каждого реактива. Затем раствором аммиака, в соответствии с п.4.2.2, нейтрализуют жидкость до изменения цвета индикаторной бумаги в чисто розовый. Контролируют процесс нейтрализации, наносят чистой стеклянной палочкой каплю жидкости на полоску индикаторной бумаги "конго". После этого доливают каждую колбу очищенной водой до метки и тщательно перемешивают.

Одновременно готовят 3-4 контрольных раствора тех же реактивов, без стандартного раствора железа.

5.3.2. Построение градуировочного графика для проб, приготовленных по п.3.2.2. В шесть мерных колб вместимостью по 50 $см^3$ вводят пипеткой 1,2,4,6,8 и 10 $см^3$ стандартного раствора, содержащего 1 $мг/дм^3$ (1 $мкг/см^3$) железа, что соответствует 1,2,4,6,8 и 10 мкг железа, добавляют по 5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и очищенной водой объем жидкости доводят примерно до 30 $см^3$; добавляют последовательно по 1 $см^3$ раствора гидроксиламина и 2,5 $см^3$ раствора ортофенантролина, перемешивая жидкости после введения каждого реактива. Затем концентрирован-

ным раствором аммиака осторожно нейтрализуют жидкость до изменения цвета индикаторной бумажки в чисто розовый. Контролируют процесс нейтрализации, наносят чистой стеклянной палочкой каплю жидкости на полоску индикаторной бумаги "конго". После этого доливают каждую колбу очищенной водой до метки и тщательно перемешивают.

Одновременно готовят 3-4 контрольных раствора тех же реактивов, но без стандартного раствора железа. Оптическую плотность каждого окрашенного раствора измеряют на фотоколориметре со светофильтром с областью светопропускания 490 нм в сравнении с дистиллированной водой. Из полученных для контрольных растворов данных вычисляют среднее арифметическое. Градуировочные графики строят по правилам, установленным в п.4.4.

5.4. Проведение анализа

5.4.1. В пробу, приготовленную по п.3.2.1, приливают последовательно 1 $см^3$ раствора гидроксиламина, тщательно перемешивают и 2,5 $см^3$ ортофенантролина. После перемешивания раствором аммиака, в соответствии с п.4.2.2 нейтрализуют раствор до изменения цвета индикаторной бумаги "конго" в чисто розовый в соответствии с п.5.3.1. Очищенной водой доливают жидкость в колбе до метки, тщательно перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоколориметре со светофильтрами с областью светопропускания 490 нм. В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду.

5.4.2. В пробу, приготовленную по п.3.2.2, приливают последовательно 1 $см^3$ раствора гидроксиламина, тщательно перемешивают, затем 2,5 $см^3$ ортофенантролина. После перемешивания

нейтрализуют концентрированным раствором аммиака. Нейтрализацию проводят осторожно, приливая аммиак по стенке колбы малыми порциями. Процесс нейтрализации контролируют по индикаторной бумаге "конго", доводя ее окраску до чисто розовой в соответствии с п.5.3.1.

После нейтрализации очищенной водой доводят объем жидкости в колбе до метки, тщательно перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора (A_x) на фотоколориметре со светофильтрами с областью светопропускания 490 нм. В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду.

5.5. Обработка результатов

Обработку результатов ведут по п.4.6.

6. ТОЧНОСТЬ МЕТОДОВ

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 расхождения между ними не превышают 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 0,01 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
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.Федотова
4. ЗАРЕГИСТРИРОВАН В Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 84I4809 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.:Союзтехэнерго, 1979) в части методов определения железа (разделы 11 и 12).
7. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта, перечисления, предложения
ГОСТ 6709-72	2
ОСТ 34-70-953.1-88	1
ОСТ 34-70-953.2-88	2
ОСТ 34-70-953.3-88	4.4.3; 4.6.4
ТУ 6-09-2540-72	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