РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МИНИСТЕРСТВО
ЭНЕРГЕТИКИ
И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ
СССР

Главтехуправление

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО СТАБИЛИЗАЦИОННОЙ ОБРАБОТКЕ ОХЛАЖДАЮЩЕЙ ВОДЫ В ОБОРОТНЫХ СИСТЕМАХ ОХЛАЖДЕНИЯ С ГРАДИРНЯМИ ОКСИЭТИЛИДЕНДИФОСФОНОВОЙ КИСЛОТОЙ

РД 34.22.503-89

Москва 1989

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Уральским филиалом ВТИ им.Ф.Э.Дзержинского

ИСПОЛНИТЕЛИ Ю.Ф.Боднарь, Р.К.Гровский

УТВЕРЖДЕН Главным научно-техническим управлением по эксплуатации энергосистем
" 30 " ноября 1988 г.

Заместитель начальника
А.П.БЕРСЕНЕВ

© ВТИ им.Ф.Э.Дзержинского, 1989

УДК 621.175.3

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО СТАБИЛИЗАЦИОННОЙ ОБРАБОТКЕ ОХЛАЖДАЮЩЕЙ ВОДЫ В ОБОРОТНЫХ СИСТЕМАХ ОХЛАЖДЕНИЯ С ГРАДИРНЯМИ ОКСИЭТИЛИДЕНДИФОСФОНОВОЙ КИСЛОТОЙ

РД 34.22.503-89

Срок действия установлен
с 01.07.89
до 01.07.94

Настоящие Методические указания устанавливают порядок проведения работ по применению оксиэтилидендифосфоновой кислоты для обработки охлаждающей воды в оборотных системах охлаждения на тепловых электростанциях.

Методические указания предназначены для эксплуатационного и наладочного персонала.

С выпуском настоящих Методических указаний утрачивают силу "Руководящие указания по стабилизационной обработке охлаждающей воды в оборотных системах охлаждения с градирнями оксиэтилидендифосфоновой кислотой" (М.: СПО "Союзтехэнерго", 1981).

Издание официальное

I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

I.I. При эксплуатации оборотных систем с градирнями за счет концентрирования солей, в том числе солей жесткости, и удаления углекислоты в градирнях достигается пересыщение воды по карбонату кальция, что приводит к образованию накипи в трубках конденсаторов. Наличие отложений приводит к ухудшению теплообмена и вакуума в конденсаторах, перерасходу топлива, требует проведения периодических химических очисток конденсаторов.

I.2. Основным мероприятием по борьбе с загрязнением трубок конденсаторов минеральными отложениями следует считать обработку воды стабилизирующими реагентами, так как при периодических химических очистках в межпромывочный период конденсаторы работают с ухудшенным вакуумом.

I.3. Обработка воды оксиэтилидендифосфоновой кислотой (ОЭДФ) позволяет предотвратить образование минеральных отложений в трубках конденсаторов при карбонатной жесткости циркуляционной воды до 7,5 мг-экв/кг. В зависимости от значения карбонатной жесткости концентрация ОЭДФ в воде составляет 0,25-2,0 мг/кг.

I.4. По сравнению с обработкой воды неорганическими полифосфатами при обработке ОЭДФ допускается повышение коэффициента упаривания и соответствующее снижение подпитки и продувки: ОЭДФ расходуется в 5-I0 раз меньше, чем неорганические полифосфаты. Стойкость ОЭДФ к гидролизу исключает образование фосфатного шлама. Введение ОЭДФ в рекомендуемом количестве не приводит к изменению pH воды.

I.5. По сравнению с подкислением воды серной кислотой при обработке ОЭДФ практически не увеличивается минерализация воды и не усиливаются её коррозионно-агрессивные свойства. Расход ОЭДФ в I00-200 раз меньше, чем серной кислоты, что упрощает тран-

спортировку, хранение и дозирование реагента.

I.6. Обработка ОЭДФ не предотвращает образования биологических и наносных отложений. Поэтому при необходимости обработка воды ОЭДФ должна сочетаться с другими способами (хлорированием, шариковой очисткой и др.) в соответствии с "Руководящими указаниями по предотвращению образования минеральных и органических отложений в конденсаторах турбин и их очистке" (М.: СПО ОРГРЭС, 1975).

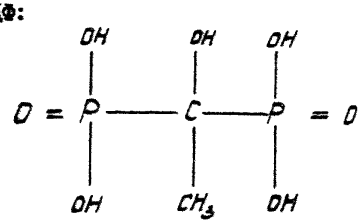
I.7. Целесообразность обработки воды ОЭДФ должна определяться на основании технико-экономических расчетов с учетом других способов предотвращения накипеобразования (подкисления, фосфатирования, рекарбонизации и др.). При расчетах следует учитывать, что при сокращении подпитки и продувки, допускаемом при обработке воды ОЭДФ, возрастает минерализация воды.

I.8. При работе с ОЭДФ должны соблюдаться действующие "Правила техники безопасности при обслуживании оборудования химических цехов электростанций и сетей", а также меры предосторожности, приведенные в рекомендуемом приложении I.

2. СВОЙСТВА ОЭДФ

2.I. Оксиэтилидендифосфоновая кислота относится к классу дифосфоновых кислот, обладающих высокой комплексообразующей способностью и стойкостью к гидролизу.

Формула ОЭДФ:



Оксиэтилидендифосфоновая кислота представляет собой белый кристаллический порошок, хорошо растворимый в воде (до 60 г на 100 г растворителя при комнатной температуре). Температура плавления 198-199°С. Константы кислотной диссоциации: pK_1 = 1,7, pK_2= 2,47, pK_3= 7,28, pK_4= 10,29, pK_5= 11,13.

2.2. В растворах, пересыщенных по карбонату кальция, ОЭДФ образует прочный комплекс с ионами Ca^{2+} (константа устойчивости pK = 15,99). В виде тетракальциевого комплекса ОЭДФ сорбируется поверхностью ранее образовавшихся кристаллов и образующихся зародышей кристаллов карбоната кальция и препятствует их направленному росту и агломерации. Отсутствие активных центров кристаллизации за счет блокирования поверхности кристаллов обеспечивает поддержание раствора в пересыщенном состоянии без выделения накипи.

2.3. При температуре, характерной для оборотных систем охлаждения конденсаторов турбин, ОЭДФ не подвергается гидролитическому разложению и сохраняет стабилизирующие свойства.

2.4. Гидролитическое разложение ОЭДФ наблюдается только при температуре более 200°С с образованием ортофосфорной кислоты и этанола:

$$C_2H_8P_2O_7 + 2H_2O \longrightarrow 2H_3PO_4 + C_2H_5OH.$$

2.5. В условиях оборотных систем охлаждения ОЭДФ находится в виде комплексного соединения с ионами Ca^{2+}, что снижает реакционную способность этого соединения как комплексообразователя по отношению к конструкционным материалам. Так, при концентрации ОЭДФ до 5 мг/кг коррозионно-агрессивные свойства воды по отношению к цветным металлам и сплавам, нержавеющей и углеродистой стали практически не изменяются.

2.6. Хлор и его производные, используемые для предотвращения биологических обрастаний, не оказывают влияния на стабилизирующие

свойства ОЭДФ. В присутствии ОЭДФ улучшается защитное действие ингибиторов коррозии.

2.7. Наличие ОЭДФ в воде, подвергаемой умягчению известкованием, вызывает торможение кристаллизации карбоната кальция за счет сорбирования ОЭДФ на поверхности кристаллов. Заметное ухудшение процесса умягчения наблюдается при концентрации ОЭДФ более I мг/кг. Остаточное содержание ОЭДФ в умягченной воде обычно не превышает 0,I мг/кг.

2.8. Обработка воды ОЭДФ несовместима с магнитной обработкой. ОЭДФ тормозит рост кристаллов, генерируемых в магнитном поле, что подавляет эффект магнитной обработки. Появление новых кристаллов при магнитной обработке приводит к потере ОЭДФ за счет сорбирования на поверхности кристаллов.

3. РЕЖИМ ОБРАБОТКИ ВОДЫ

3.I. При обработке воды ОЭДФ необходимо наладить режим подпитки и продувки циркуляционной системы, исключающий резкие изменения расхода продувочной воды, что упростит поддержание заданной концентрации реагента. Если невозможно обеспечить равномерную продувку, дозировку ОЭДФ следует рассчитывать с учетом максимального возможного коэффициента упаривания для гарантии безнакипного режима.

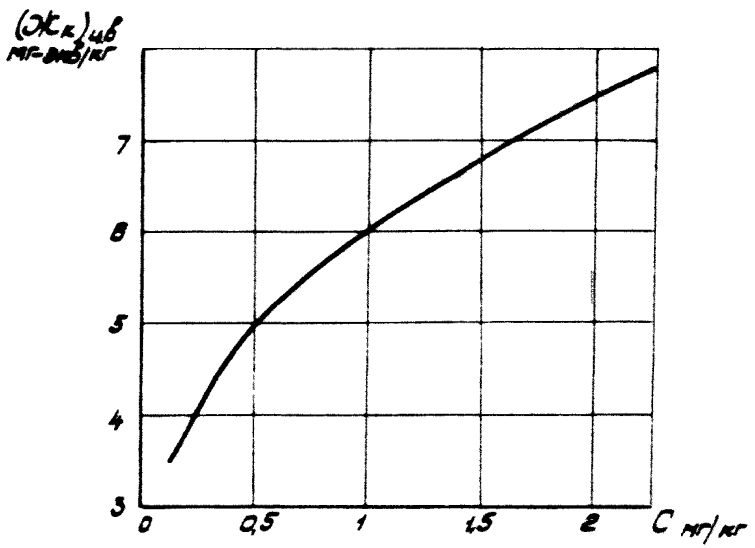
3.2. Требуемая концентрация ОЭДФ определяется в зависимости от карбонатной жесткости циркуляционной воды (черт.I). При отсутствии стабилизации воды перед началом обработки ОЭДФ карбонатная жесткость циркуляционной воды $(Ж_к)_{ц.в.}$ за счет осаждения карбоната кальция не соответствует расчетному значению $(Ж_к)_{расч.}$

$$(Ж_к)_{ц.в.} < (Ж_к)_{расч.},$$

где

$$(Ж_к)_{расч} = \varphi(Ж_к)_{доб.};$$

Зависимость требуемой концентрации ОЭДФ С от карбонатной жесткости циркуляционной воды $(Ж_к)_{ц.в}$



Черт.I.

φ - коэффициент упаривания воды;

$(Ж_к)_{доб}$ - карбонатная жесткость добавочной воды, мг-экв/кг.

В этом случае требуемую концентрацию ОЭДФ следует выбирать по расчетному значению карбонатной жесткости $(Ж_к)_{расч}$.

Если продувочная вода сбрасывается в водоем хозяйственно-питьевого и культурно-бытового пользования, карбонатная жесткость циркуляционной воды поддерживается не более 5,2 мг-экв/кг; при сбросе в рыбохозяйственный водоем - до 5,8 мг-экв/кг. При этом требуемая для стабилизации воды концентрация ОЭДФ не превысит ПДК (см.п.6.2).

3.3. При необходимости сокращения подпитки и продувки циркуляционной системы допустимый коэффициент упаривания при обработке воды ОЭДФ определяется по формуле

$$\varphi_{доп} = \frac{(Ж_к)_{доп}}{(Ж_к)_{доб}},$$

где

$(Ж_к)_{доп.}$ - допустимая карбонатная жесткость циркуляционной воды при выбранном режиме обработки (черт.I) Необходимый расход добавочной воды ($м^3/ч$) определяется по формуле

$$D_{доб} = \frac{\varphi_{доп}}{\varphi_{доп}-1} D_{исп},$$

где $D_{исп}$ - потери воды с испарением в градирнях, $м^3/ч$.

Продувка ($м^3/ч$) составляет

$$D_{прод} = D_{доб} - D_{исп} - D_{к.у},$$

где $D_{к.у.}$ - потери воды с капельным уносом в градирнях, $м^3/ч$.

Оптимальный режим подпитки и продувки определяется путем сравнения нескольких вариантов обработки воды по заданным (не более 7,5 мг-экв/кг) значениям карбонатной жесткости циркуляционной воды $(Ж_к)_{доп}$.

Снижение подпитки и продувки требует увеличения концентрации ОЭДФ ввиду повышения карбонатной жесткости циркуляционной

воды. Оптимальный режим подбирается на основании сравнения различных вариантов, приемлемых для данной электростанции.

Если при принятом режиме подпитки и продувки карбонатная жесткость циркуляционной воды будет превышать 7,0 мг-экв/кг в течение значительного времени (более 2-х месяцев в году), целесообразно сочетать обработку ОЭДФ с подкислением серной кислотой. При этом щелочность циркуляционной воды поддерживается на уровне 5,0-6,0 мг-экв/кг. Комбинированная обработка позволяет снизить расход ОЭДФ при относительно небольшом расходе серной кислоты и может применяться при наличии ограничений по концентрации ОЭДФ в продувочной воде.

3.4. В начале обработки ОЭДФ вводится в количестве (кг), определяемом по формуле

$$B = 2V \cdot C \cdot 10^{-3},$$

где V - объем воды в циркуляционной системе, $м^3$;

C - заданная концентрация ОЭДФ (черт.I) мг/кг.

3.5. В дальнейшем реагент вводится непрерывно для поддержания заданной концентрации с расходом (кг/ч), равным

$$D = \frac{D_{воб} \cdot C}{\varphi} \cdot 10^{-3}.$$

Суточный расход ОЭДФ (кг/сут) составляет

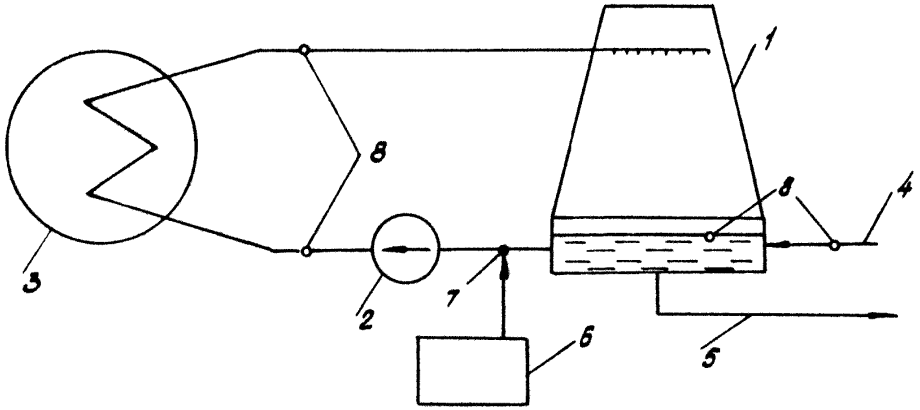
$$D_{сут} = \frac{D_{воб} \cdot C}{41,7 \cdot \varphi}.$$

3.6. Оксиэтилидендифосфоновая кислота дозируется в циркуляционную систему в виде 0,I - I0%-ного раствора в точку, где обеспечивается постоянный проток и последующее перемешивание со всем объемом воды (черт.2).

Концентрация рабочего раствора ОЭДФ (%) рассчитывается по формуле

$$C_{р.р} = \frac{C \cdot D_{вод}}{10 \cdot a \cdot q_{доп}},$$

Схема ввода ОЭДФ в циркуляционную систему



I – градирня; 2 – циркуляционный насос; 3 – конденсатор; 4 – подпиточный трубопровод; 5 – продувка; 6 – установка для приготовления и дозирования раствора ОЭДФ; 7 – рекомендуемая точка ввода ОЭДФ; 8 – другие возможные точки ввода ОЭДФ.

Черт.2.

где q - подача насоса-дозатора, $дм^3/ч$.

3.7. При изменениях карбонатной жесткости добавочной воды или режима эксплуатации системы охлаждения, влекущего за собой изменение карбонатной жесткости циркуляционной воды, производится корректировка дозирования ОЭДФ в соответствии с (черт.I). В переходные периоды допускаются отклонения концентрации ОЭДФ от расчетной не более чем на 20%; при стабильной работе - до I0%.

4. УСТАНОВКА ДЛЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ И ДОЗИРОВАНИЯ РАСТВОРА ОЭДФ

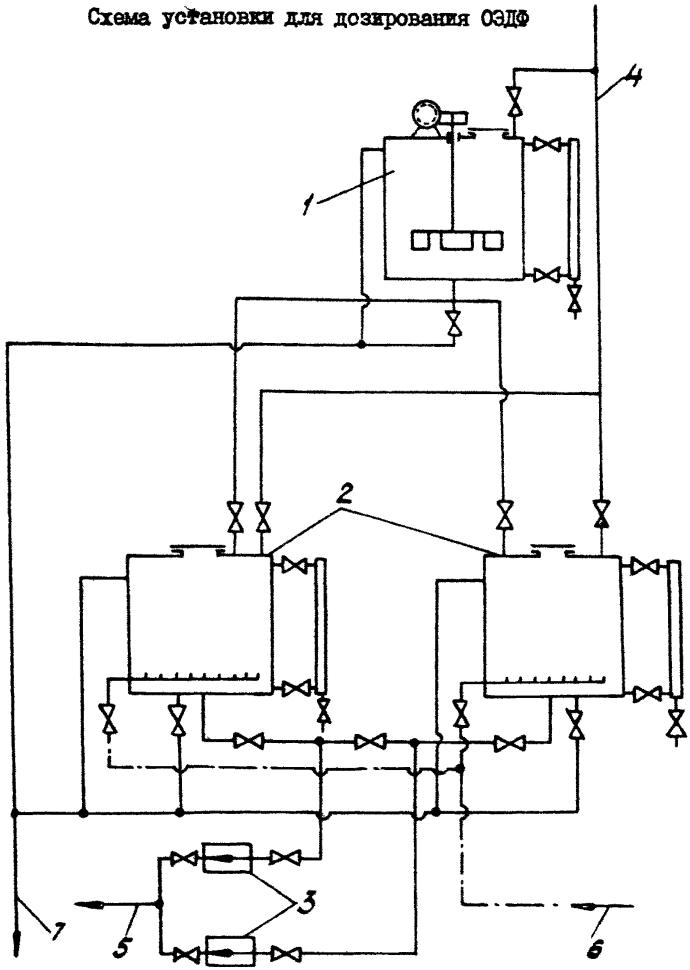
4.I. Приготовление и дозирование раствора ОЭДФ производится с помощью установки, схема которой приведена на (черт.3)Установка изготавливается по проекту УралВТИ, к которому прилагается инструкция по эксплуатации установки.

4.2. Порошкообразный реагент растворяется в баке-мешалке вместимостью I $м^3$. Мешалка лопастного типа с приводом от электродвигателя через редуктор. Частота вращения лопастей I4 об/мин. Для контроля за уровнем раствора установлено водомерное стекло. Бак снабжен дренажной и переливной линиями. Бак-мешалка имеет линию, связывающую его с баками рабочего раствора для подачи в последние концентрированного раствора самотеком. Для растворения реагента подведен конденсат турбины или обессоленная вода.

4.3. Баки рабочего раствора вместимостью по I,2 $м^3$ также снабжены водомерными стеклами, дренажными и переливными линиями. Для контроля за нижним уровнем в баках установлены датчики уровня.

Для разбавления концентрированного раствора подается конденсат турбины или обессоленная вода. К бакам подводится сжатый воздух для перемешивания при приготовлении рабочего раствора.

Схема установки для дозирования ОЭДФ



I - бак-мешалка (V = I м^3); 2 - бак рабочего раствора (V = I,2 м^3); 3 - насос-дозатор НД 63/I6; 4 - конденсат или обессоленная вода; 5 - в циркуляционную систему; 6 - сжатый воздух; 7 - в канализацию.

Черт.3.

4.4. Баки рабочего раствора имеют связь с насосами-дозаторами, подающими раствор в циркуляционную систему. Схема позволяет при ручном управлении подавать раствор одним из насосов из любого бака рабочего раствора.

4.5. Установка снабжена элементами автоматики, обеспечивающими непрерывную равномерную подачу рабочего раствора в обрабатываемую воду, а также упрощение эксплуатации установки.

Привод мешалки связан с реле времени, обеспечивающим отключение привода мешалки через заданный промежуток времени после начала перемешивания. Датчики нижнего уровня в баках рабочего раствора имеют связь с приводом насосов-дозаторов. При опорожнении одного из баков осуществляется автоматическое переключение насосов, обеспечивающее подачу рабочего раствора из второго бака.

На щите управления размещены сигнальные лампочки, связанные с датчиками нижнего уровня в баках рабочего раствора. При достижении нижнего уровня зажигается лампочка, сигнализируя о необходимости приготовления раствора в одном из баков рабочего раствора.

4.6. С учетом того, что концентрированные растворы ОЭДФ обладают коррозионно-активными свойствами, установка выполняется из нержавеющей стали. Допускается изготовление баков из нелегированной стали с условием, что на внутренние поверхности будет нанесено коррозионно-стойкое защитное покрытие, например, эпоксидная шпатлевка.

4.7. Концентрированный раствор ОЭДФ готовится I раз в I0 дней. Количество загружаемой ОЭДФ (кг) определяется по формуле

$$B_{загр} = 10 D_{сут}$$

Примечание: Если $B_{загр} > 200$ кг, необходимо готовить концентрированный раствор с периодичностью (сут) $\tau \leq 200/D_{сут}$ значение округляется до целого числа. Для приготовления рабочего раствора в этом случае используется $1000/\tau$ дм³ концентрированного раствора

4.8. Для приготовления концентрированного раствора необходимо наполовину заполнить бак-мешалку конденсатом, включить мешалку и засыпать через люк расчетное количество реагента. В процессе перемешивания довести объем раствора до I $м^3$ подачей конденсата. Мешалка останавливается автоматически через заданный промежуток времени. Продолжительность перемешивания зависит от количества загружаемого реагента и устанавливается при наладке (обычно I5-30 мин).

Примечание. Применение технической воды для приготовления растворов ОЭДФ нецелесообразно, так как в этом случае реагент будет частично расходоваться на умягчение воды с образованием осадка в виде кальциевого комплекса ОЭДФ.

4.9. Для приготовления рабочего раствора необходимо подать I00 $дм^3$ (см.примечание к п.4.7) концентрированного раствора в бак рабочего раствора (раствор поступает самотеком при открытии соответствующего вентиля) и довести объем до I,2 $м^3$ подачей конденсата; далее раствор в баке необходимо перемешать сжатым воздухом. Первоначально рабочий раствор готовится в обоих баках.

4.I0. При включении одного насоса-дозатора рабочий раствор из соответствующего бака подается в циркуляционную систему. Каждый насос настраивается на подачу 50 $дм^3/ч$.

4.II. При автоматическом управлении работой насосов-дозаторов после снижения уровня раствора в баке до минимального насос-дозатор автоматически останавливается и включается второй насос-дозатор. При этом раствор подается в циркуляционную систему из второго бака. На щите зажигается лампочка, сигнализирующая о том, что один бак пустой. В течение суток необходимо приготовить рабочий раствор в опорожнившемся баке. После израсходования раствора из второго бака происходит аналогичное переключение насосов и на щите зажигается лампочка.

4.I2. При необходимости замены или ремонта одного из насосов-

дозаторов управление переводится на ручное. Схема позволяет одним насосом-дозатором подавать рабочий раствор в циркуляционную систему как из первого, так и из второго бака.

5. КОНТРОЛЬ ЗА ОБРАБОТКОЙ ВОДЫ

5.I. При обработке воды производится анализ циркуляционной воды на содержание ОЭДФ. В случае отклонения содержания ОЭДФ от заданного корректировка производится изменением подачи насоса-дозатора или количества загружаемого реагента (корре/ктировка $D_{сут.}$).

5.2. Эффективность обработки оценивается путем сравнения карбонатной жесткости циркуляционной воды $(Ж_к)_{ц.в.}$ с расчетным значением $(Ж_к)_{расч} = \varphi (Ж_к)_{доб.}$

где φ - коэффициент упаривания воды, определяемый по формуле

$$\varphi = \frac{(Cl^-)_{ц.в.}}{(Cl^-)_{доб.}}.$$

Здесь $(Cl^-)_{ц.в.}$ и $(Cl^-)_{доб}$ содержание хлоридов в циркуляционной и добавочной воде, мг/кг;

$(Ж_к)_{доб}$ - карбонатная жесткость добавочной воды, мг-экв/кг.

Выполнение условия $\Delta Ж_к = (Ж_к)_{расч} - (Ж_к)_{ц.в} \leq 0{,}3$ мг-экв/кг свидетельствует об отсутствии накипеобразования в трубках конденсаторов.

5.3. Если $\Delta Ж_к > 0{,}3$ мг-экв/кг, возможно осаждение мелкокристаллического карбоната кальция, выделяющегося в объеме воды, на поверхности трубок конденсаторов в виде рыхлых отложений. В этом случае необходимо выяснить и устранить причины, вызвавшие нарушение режима обработки воды.

Примечание. При отсутствии ОЭДФ в циркуляционной воде плотная накипь карбоната кальция образуется даже при $\Delta Ж_к < 0{,}3$ мг-экв/кг.

5.4. Эффективность обработки оценивается также по состоянию поверхностей теплообмена конденсаторов. В начальный период осмотр

производится через 3–4 месяца. При наличии накипи необходимо скорректировать режим обработки воды.

5.5. При эксплуатации системы охлаждения в неизменном режиме и стабильной подаче ОЭДФ контроль в соответствии с пп.5.I и 5.2 достаточно производить I раз в неделю.

6. ВЛИЯНИЕ ОЭДФ НА ЗАГРЯЗНЕНИЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

6.I. Оксиэтилидендифосфоновая кислота не проявляет кумулятивных свойств при попадании в водоемы. Это объясняется способностью некоторых микроорганизмов расщеплять молекулу ОЭДФ с помощью выделяемых ферментов и потреблять фосфор. Несмотря на то, что в первую очередь потребляется фосфор из неорганических соединений, наличие процесса разрушения ОЭДФ под действием бактерий исключает ее накопление в водоемах. Это позволяет сбрасывать продувочную воду, содержащую ОЭДФ, в природные водоемы при соблюдении требований санитарных органов.

6.2. Предельно допустимая концентрация оксиэтилидендифосфоновой кислоты для водоемов санитарно-бытового назначения 0,6мг/кг (Перечень № 29-32-83 ПДК и ОБУВ в воде веществ в водных объектах хозяйственно-питьевого и культурно-бытового пользования МЗ СССР), для рыбохозяйственных водоемов - 0,9 мг/кг (Дополнительный перечень № 30-II-II Главрыбвода к приложению № 3 "Правил охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами").

6.3. Для уменьшения загрязнения водоемов продувочную воду циркуляционной системы целесообразно использовать в цикле тепловой электростанции.

6.4. На тепловых электростанциях, сжигающих твердое топливо, продувочную воду можно использовать для подпитки оборотной системы гидрозолоудаления. Оксиэтилидендифосфоновая кислота сор-

бируется золой и практически полностью удаляется при последующем осветлении воды.

6.5. Использовать продувочную воду системы охлаждения в качестве исходной для водоподготовительной установки можно при наличии стадии известкования. Ввиду малой растворимости тетракальциевого комплекса ОЭДФ, образующегося при pH= I0,0, в осветленной воде соединения ОЭДФ практически отсутствуют. Для исключения отрицательного воздействия ОЭДФ на процесс кристаллизации карбоната кальция в осветлителях концентрацию её в циркуляционной воде целесообразно поддерживать на уровне 0,5–I,0 мг/кг (карбонатная жесткость 5,0–6,0 мг-экв/кг).

Примечание. Обработка воды ОЭДФ позволяет сократить подпитку и продувку циркуляционной системы и повысить степень концентрирования солей в циркуляционной воде. Использование воды с повышенной минерализацией в качестве исходной для водоподготовительной установки приведет к увеличению затрат на очистку воды. Увеличение подпитки и продувки циркуляционной системы для снижения степени концентрирования солей вызовет непроизводительные потери ОЭДФ с продувочной водой. Поэтому в каждом конкретном случае целесообразность использования продувочной воды в качестве исходной для водоподготовительной установки должна определяться на основании технико-экономических расчетов.

Приложение I
рекомендуемое

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С ОЭДФ

I. Оксиэтилидендифосфоновая кислота поставляется в виде кристаллического порошка, который может распыляться при загрузке. Технический реагент имеет характерный запах, обусловленный наличием примеси летучих веществ (уксусная кислота). В реагенте, выпускаемом по ТУ 6-09-5372-87 (товарное название ОЭДФ-МА) содержание уксусной кислоты снижено и не превышает 2%. Вдыхание воздуха, загрязненного пылью ОЭДФ, вызывает раздражение верхних дыхательных путей. Попадание концентрированного раствора ОЭДФ на кожу или в глаза может вызвать ожоги, так как растворы имеют кислую реакцию. Такое же действие вызывает попадание на кожу кристаллического порошка и последующее увлажнение.

2. Место, где находится установка для приготовления и дозирования раствора ОЭДФ, должно быть ограждено и хорошо освещено. К установке должна быть подведена водопроводная вода.

3. При разливе концентрированного раствора ОЭДФ его необходимо нейтрализовать известью.

4. При загрузке ОЭДФ в бак-мешалку необходимо пользоваться защитными очками во избежание попадания раствора в глаза при разбрызгивании, а также респиратором.

5. При попадании кислого раствора на кожу или в глаза необходимо пораженное место промыть водой, а затем соответствующим раствором бикарбоната натрия (2%-ный раствор для нейтрализации раствора, попавшего на кожу, и 0,5%-ный для промывки глаз).

6. При приготовлении растворов не допускается присутствие постороннего персонала.

Приложение 2
рекомендуемое

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОЭДФ

Сущность метода

Метод основан на предварительном разложении вещества в целях перевода его в форму ортофосфата и в последующем фотоколориметрическом определении концентрации ортофосфат-иона по реакции восстановления фосфорномолибденовой гетерополикислоты. Разложение ОЭДФ осуществляется при нагревании в присутствии персульфата аммония.

Посуда и аппаратура

1. Химические стаканы вместимостью 100 $см^3$.
2. Мерные колбы вместимостью 50 $см^3$.
3. Бюретка для раствора хлористого олова вместимостью 100$см^3$ (без стеклянного крана).
4. Пипетки.
5. Фотоэлектроколориметр КФК-2, кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм.
6. Электрическая плитка.

Реактивы и растворы

1. Все растворы готовят на обессоленном турбинном конденсате.
2. Персульфат аммония, "х.ч", 1%-ный раствор.
3. Оксиэтилидендифосфоновая кислота, "ч.", водный раствор с концентрацией 100$мг/дм^3$. Раствор устойчив. Рабочий раствор с концентрацией 10$мкг/см^3$ ОЭДФ готовят разбавлением запасного раствора в 10 раз.

4. Раствор серной кислоты, 180 $см^3$ концентрированной серной кислоты (плотность 1,84) прибавляют к 820 $см^3$ воды.

5. Аммоний молибденовокислый, "х.ч", 5%-ный водный раствор.

6. Олово хлористое, "ч.д.а.", концентрация раствора 10 $г/дм^3$ В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 1 г стружек металлического олова, "ч.д.а.", вливают 40 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и 1 $см^3$ 5%-ного раствора сернокислой меди, "х.ч.". Колбу с содержимым погружают в кипящую водяную баню до полного растворения металлического олова, затем содержимое разбавляют водой до 100 $см^3$. Приготовленный раствор переливают через воронку с ватным тампоном в бюретку вместимостью 100 $см^3$. Затем в бюретку заливают 2-3 $см^3$ вазелинового масла. По мере израсходования раствора в бюретку заливают свежий раствор. При этом вазелиновое масло всегда всплывает вверх и защищает раствор от окисления. При выполнении анализа первые капли раствора отбрасывают, а в пробу дозируют только свежие неокисленные капли хлористого олова.

9. Калий фосфорнокислый однозамещенный, "х.ч.", стандартный раствор, содержащий 100 $мкг/см^3$ PO_4^{-3}. Навеску 0,1432 г KH_2PO_4 растворяют в 1 $дм^3$ воды. Рабочий раствор готовят путем разбавления запасного раствора водой в 10 раз.

Ход определения

В термостойкий химический стакан вместимостью 100 $см^3$ помещают 10-40 $см^3$ анализируемой воды с содержанием не более 50 мкг ОЭДФ, разбавляют до 40 $см^3$ обессоленным конденсатом, прибавляют 2 $см^3$ раствора персульфата аммония. Стакан помещают на плитку, нагревают и кипятят до остаточного объема примерно 10 $см^3$. После охлаждения содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ прибавляют 5 $см^3$ раствора серной кислоты и 2 $см^3$ раствора аммония

молибденовокислого, перемешивают, разбавляют до 40 $см^3$ обессоленным конденсатом, вновь тщательно перемешивают. Через 2-3 мин вводят 10 капель раствора хлористого олова, перемешивают, доводят объем раствора обессоленным конденсатом до 50 $см^3$, перемешивают и через 5 мин производят измерение оптической плотности окрашенного в синий цвет раствора на КФК-2 с красным светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 50 мм относительно обессоленного конденсата. Содержание ОЭДФ в пробе находят по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика

В ряд химических термостойких стаканов вместимостью 10 $см^3$ помещают 0 (холостая проба); 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 $см^3$ рабочего стандарта раствора ОЭДФ, что соответствует содержанию 0; 5; 10; 20; 30; 40; 50 мкг ОЭДФ, разбавляют обессоленным конденсатом до 40 $см^3$ прибавляют 2 $см^3$ раствора персульфата аммония, нагревают растворы на плитке и кипятят до остаточного объема ~ 10 $см^3$.

После охлаждения содержимое стаканов переносят в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ и вводят реактивы для определения фосфатов.

Ход определения ОЭДФ в присутствии ортофосфатов или неорганических полифосфатов

В анализируемой воде наряду с ОЭДФ могут присутствовать ортофосфаты или неорганические полифосфаты. При анализе такой воды по описанной выше методике с разложением пробы найденное значение содержания ортофосфат-иона будет суммарным, включающим количество имеющихся в воде неорганических фосфатов и образующихся в результате разложения ОЭДФ.

Последовательность операций при анализе в этом случае следую-

щая. В одной части анализируемой воды определяют общее содержание ортофосфат-иона по методике с предварительным разложением в присутствии персульфата аммония. В другой части определяют содержание присутствующих совместно с ОЭДФ неорганических фосфатов или полифосфатов. С этой целью пробу воды 25–50 $см^3$ подвергают кипячению в течение 5–10 мин в присутствии соляной кислоты, которую вводят из 2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты на 100 $см^3$ пробы воды. Затем содержимое нейтрализуют раствором гидроокиси натрия 0,1 н до pH = 5–6 (по универсальной индикаторной бумаге) и приступают к определению содержания PO_4^{-3} по обычной методике. Содержание ортофосфат-иона в пробе находят по калибровочному графику, построенному по рабочему стандартному раствору однозамещенного ортофосфата калия. Вследствие высокой устойчивости фосфонатов при этом способе минерализации пробы воды ОЭДФ не разлагается до ортофосфат-иона.

Для нахождения содержания ОЭДФ в анализируемой воде необходимо из общего содержания PO_4^{-3}, найденного по методике с разложением, вычесть содержание PO_4^{-3}, определенное после кипячения пробы в присутствии соляной кислоты.

ОГЛАВЛЕНИЕ

I. Общие положения 4
2. Свойства ОЭДФ 5
3. Режим обработки воды 7
4. Установка для приготовления и дозирования ОЭДФ I2
5. Контроль за обработкой воды I6
6. Влияние ОЭДФ на загрязнение окружающей среды I7
Приложение I. Меры предосторожности при работе с ОЭДФ I9
Приложение 2. Методика определения содержания ОЭДФ 20

Отдел научно-технической информации

Ротапринт ВТИ им. Ф.Э.Дзержинского
Заказ № 411 Тираж 630 экз.
Уч. изд. л. - I Цена 25 коп.

gost.e-ecolog.ru