РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения алюминия. Методы определения аммонийного азота.

СО 153-34.37.523.11. 12-90
РД 34.37.523.11.12-90

МОСКВА
2009

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЭНЕРГЕТИКИ И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ СССР

ГЛАВТЕХУПРАВЛЕНИЕ ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ
ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ, АММОНИЙНОГО АЗОТА

РД 34.37.523.12-90

УДК 621.311.25+543.3

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. Метод определения аммонийного азота

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.2001

Настоящий руководящий документ распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает фотометрический метод определения аммонийного азота в пересчете на аммиак (NH_3) в исходных водах, в питательной воде и ее составляющих, конденсатах пара, котловых, очищенных и теплофикационных водах. Метод определения аммонийного азота применим для вод, содержащих и не содержащих гидразин.

Сущность метода состоит во взаимодействии аммонийного азота в щелочной среде с реактивом Несслера и измерения оптической плотности, образующейся при этом желто-оранжевой суспензии.

Чувствительность определения аммиака в пробе составляет 5 мкг. Определения мешает гидразин.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.1-88.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

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

весы лабораторные общего назначения X класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г. по ГОСТ 24104-86;

колбы мерные с притертой пробкой и одной меткой вместимостью 1000, 500, 250, 100 и 50 $см^3$ по ГОСТ 1770-74;

цилиндры измерительные с носиков вместимостью 100, 500 $см^3$ по ГОСТ 1770-74;

стаканы химические термостойкие с носиком, высокие вместимостью 100, 500 $см^3$ по ГОСТ 23932-79;

колбы конические вместимостью 250 $см^3$ но ГОСТ 25336-82;

реактив Несслера (щелочной раствор двойной соли ($K_2 H_g J_4$)
йод кристаллический ч.д.а. - по ГОСТ 4759-79 или фиксанал;
натрия тиосульфат ч.д.а. или фиксанал;
аммоний хлористый х.ч, - по ГОСТ 3773-72;
очищенная вода - по ОСТ 34-70-953.2-88.

3. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

3.1. Если концентрация гидразина в анализируемой воде не превышает 100 мкг/кг, то проводят его предварительное окисление йодом. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вливают отмеренный объем анализируемой воды и доливают примерно до 40 $см^3$ очищенной водой, перемешивают, к жидкости добавляют по каплям 0,01н раствор йода до появления желтой окраски жидкости и через 2 мин в нее вводят также по каплям 0,01н раствор тиосульфата натрия до полного связывания избытка йода (исчезновения окраски), перемешивают, доливают до метки очищенной водой, приливают 1 $см^3$ реактива Несслера и ещё раз все перемешивают. При более высоких концентрациях гидразина окисление осуществляют 0,1н растворами йода и тиосульфата натрия.

4. . ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ.

4.1. Приготовление рабочих растворов

4.1.1. Раствор йода 0,1н концентрации готовят из фиксанала по инструкции, приложенной к набору фиксаналов. Раствор устойчив в течение года, хранят его в склянка темного стекла.

4.1.2. Раствор тиосульфата натрия 0,1н концентрации готовят из фиксанала. Раствор устойчив в течение года, если он защищая от доступа угольной кислоты и приготовлен на свежепрокипяченной и охлажденной воде.

4.1.3. Раствор йода и тиосульфата натрия 0,01н концентрации готовят точным разбавлением в 10 раз 0,1н растворов. Приготовленные растворы хранят в течение 10 дней.

4.2. Приготовление основного и стандартного раствора

4.2.1. Основной раствор аммонийного азота, содержащего в пересчете на NH_3 1 $г/дм^3$, готовят из химически чистого хлористого аммония, предварительно высушенного в сушильном шкафу при температуре 110-115°С. Для этого в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ всыпают 3,144 г этого реактива и растворяют его в очищенной воде, после растворения доливают до метки и хорошо перемешивают. Раствор устойчив, хранят его в склянке с притертой пробкой.

4.2.2. Стандартный раствор, содержащий 10 $мг/дм^3$ NH_3 готовят, разбавлением основного раствора в 100 раз. Для этого отбирают пипеткой 10 $см^3$ основного раствора в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доливают очищенной водой до метки, хорошо перемешивают. Раствор неустойчив, пригоден в день приготовления.

4.3. Построение расчетного графика

В несколько мерных колб вместимостью 50 см^3 вводят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора, приготовленного по п. 4.2.2, затем доливают каждую колбу до метки очищенной водой, перемешивают, приливают точно по 1 см^3 реактива Несслера и еще раз хорошо перемешивают. Спустя 10 мин измеряют оптическую плотность окрашенных растворов со светофильтрами с областью светопропускания 400 нм в кюветах 50 мм. В качестве раствора сравнения применяет очищенную воду, Для каждой концентрация аммиака готовят три-четыре параллельных пробы. Результаты используют для вычисления среднего арифметического, если расхождения между ними не превышают. 0,02 по шкале Д. По полученным точкам строят расчетный график, откладывая по оси абсцисс введенные количества аммонийного азота, а по оси ординат отвечающие им показания оптических плотностей. По точкам проводят прямую методом наименьших квадратов. При смене реактива Несслера необходима проверка расчетного графика.

5.1. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 отбирают такой объем анализируемой воды (но не более 40 см^3), в котором содержание NH_3 не превышает 50 мкг, в случае присутствия гидразина, ее обрабатывают по п. 3.1, доливают до метки очищенной водой, перемешивают, приливают точно 1 см^3 реактива Несслера и вновь перемащивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность жидкости со светофильтрами областью светопропускания 400 нм в кюветах 50 см^3. Сравнение ведут с очищенной водой.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА.

Пользуясь расчетный графиком, получают содержание аммонийного азота, в пересчете на

граммаы, на кубический дециметр по формуле:

$$(NH_3) = \frac{C_p}{V}$$

где C_p- содержание аммонийного азота в пробе, мкг, получаемое по расчетному графику

V - объем анализируемой воды, отобранной в мерную колбу, см^3

Допустимые погрешности результата определения аммонийного азота в пересчете на NH_3 с доверительной вероятностью P = 0,95 указаны в таблице.

Содержание амоннийного азота в пересчете на в пробе, мкг	5,0-10	10,0-20,0	20,0-30,0	30,0-40,0	40,0-50,0
Погрешность, в %	20-15	15-10	10-8	8-5	5-3

7. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

Реактив Несслера.- щелочной раствор ($K_2H_gJ_4$) поэтому необходимо обращаться с ним с осторожностью, не допуская попадания на кожу и слизистую оболочку глаз.

При попадании реактива на кожу или в глаза необходимо бистро промыть пораженный участок водой.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАН Всесоюзным дважды ордена Трудового Красного Знамени теплотехническим научно-исследовательским институтом им. Ф.Э.Дзержинского (ВТИ им. Ф.Э.Дзержинского)

ИСПОЛНИТЕЛИ Ю.М. Кострикин, докт.техн.наук; Н.М.Калинина, О.М.Штерн, С.Ю.Петрова, Г.К.Корицкий, Л.Н.Федешева

УТВЕРЖДЁН Главным научно-техническим управлением энергетики и электрификации Минэнерго СССР 08.02.90

Заместитель начальника А.П.Берсенев

Срок первой проверки - 1995 г., периодичность проверки - 5 лет

ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М., СПО "Союзтехэнерго"(1979) в части определения аммонийного азота (раздел 28)

8. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который, дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 1770-74	2
ГОСТ 3773-72	2
ГОСТ 4759-79	2
ГОСТ 23932-79	2
ГОСТ 24104-88	2
ГОСТ 25336-82	2
ОСТ 34-70-953.1-88	2
ОСТ 34-70-953.2-88	2

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: ЭНЕРГЕТИКА, ТЕПЛОВЫЕ ЭЛЕКТРОСТАНЦИИ, ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ, АНАЛИЗ, АММОНИЙНЫЙ АЗОТ

УТВЕРЖДАЮ
Начальник Департамента
науки и техники РАО "ЕЭС
России"
А.П.Берсенев
"26" 05 1996 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № 1
«ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММОНИЙНОГО АЗОТА. РД 34.37.523.12-90.»

Дата введения 01.07.96

Пункт 2. Второй абзац изложить в новой редакций: "весы лабораторные общего назначения 2 класса точности с пределом взвешивания 200 г";

заменить ссылку ТУ 6-09-1181-76 на ТУ 6-09-1181-89, ГОСТ23932-72 на ГОСТ 25336-82.

Пункт 2 дополнить новым абзацем: "Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов до качеству не ниже указанных в настоящем нормативном документе".

Пункт 3.1. После слов "добавляют по каплям" изложить в новой редакции: "раствор йода концентрация с (1/2 J_2) = 0,01 моль/да^3 до появления желтой окраски жидкости и через 2 мин нее вводят также по каплям раствор тиосульфата натрия концентрации с ($Na_2 S_2 O_3 5H_2O$)=0,01 моль/дм^3 до полного связывания избытка йода (исчезновения окраски)" и ,далее по тексту;

второе приложение, после слова: "... осуществляют" изложить в новой редакции: "раствором иода концентрация с (1/2 J_2) = 0,1 моль/дм^3 раствором тиосульфата натрия концентрация

Пункт 4.1.1. Слова "Раствор йода 0,1н концентрации" заменить на: "Раствор йода концентрации с (1/2 J_2) = 0,1 моль/дм^3..." и далее по тексту.

Пункт 4.1.2. Первую строчку изложить в новой редакции: "Раствор тиосульфата натрия концентрации с ($Na_2 S_2 O_3 5H_2O$)=0,1 моль/дм^3 готовят..." и далее по тексту.

Пункт 4.1.3. Изложить в новой редакции: "Раствор йода и тиосульфата концентрации с (1/2 J_2) и с ($Na_2 S_2 O_3 5H_2O$)= 0,01 моль/дм^3 готовят точным

разбавлением в 10 раз растворов йода и тиосульфата концентрации с (1/2,J_2) и с ($Na_2S_2O_3$ $5H_2O$)= 0,1 моль/дм^3 соответственно. Приготовленные растворы хранят в течение 10 дней".

Пункт 6 (после таблицы) дополнить новыми абзацами: "Результаты определения округляют до сотых долей числа" и "Форма журнала записи результатов анализа приведена в приложении Б

ОСТ 34-70-963.3-88".

Дополнить разделом 8:

8 ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

8.1 Сходимость

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

8.2 Воспроизводимость

Средние результаты двух испытаний, полеченные в разных лабораториях на одной пробе, признаются достоверными (с доверительной вероятностью Р = 0,95), если расхождение между нами не превышает 0,01 показаний шкалы оптической плотности прибора".

"Деформационные данные". Исключить ссылку на ГОСТ 24104-88.

Оглавление

РД 34.37.523.11-90
ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ. 2

РД 34.37.523.12-90
ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММОНИЙНОГО АЗОТА 8

ИЗМЕНЕНИЕ №1
«ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ. РД 34.37.523,11-90.» 12
ИЗМЕНЕНИЕ № 1
«ВОДА ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММОНИЙНОГО АЗОТА. РД 34.37.523.12-90.» 13

gost.e-ecolog.ru