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

УДК 621.311.254543.3

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

# ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. Метод определения алюминия.

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.01

Настоящий руководящий документ распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает фотометрический метод определения алюминия в исходных водах, в питательной воде и ее составляющих, конденсатах пара, котловых, очищенных и теплофикационных водах.

Метод определения алюминия применим для вод, содержащих и не содержащих фосфаты.

## 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 колориметриуемого слоя до 100 мм и набором светофильтров или спектрофотометр;

весы лабораторные общего назначения 1 класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104-88;

баня водяная с электронагревом;

фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678-77;

бюретки для титрования вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 20292-74;

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

колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 $ом^3$ -по ГОСТ 1770-74;

колбы конические с пришлифованными пробками вместимостью 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 25336-82;

стаканы химические вместимостью 100, 250, 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 23932-79;

воронки простые конусообразные - по ГОСТ 23932-79;

квасцы алюмокалиевые, ч - по ГОСТ 4329-77;
квасцы алюмоаммонийные - по ГОСТ 4238-77;
алюминий сернокислый х.ч. - по ГОСТ 3758-75;
алюминий металлический высокой чистоты - по ГОСТ 13726-78;
аскорбиновая кислота х.ч.; алюминон ч.д.а. - по ГОСТ 9859-74;
аммиак водный ч.д.а. - по ГОСТ 3760-79; кислота уксусная х.ч. - по ГОСТ 61-75; кислота соляная х.ч, - по ГОСТ 3118-77; натрий уксуснокислый 3-х водный х.ч. - по ГОСТ 199-78;' индикаторная бумага универсальная pH - по ТУ 6-09-1181-76;
очищенная вода - по ОСТ 34,70-953,2-88.

## 3. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ К АНАЛИЗУ

3.1. В анализируемых водах алюминий может находиться как в растворенном состоянии, так и в виде частиц минералов различной крупности. Если целью анализа является определение содержания только растворенного алюминия, то предварительная обработка вода ограничивается фильтрованием ее через обычную фильтровальную бумагу. При этом первую порцию фильтрата отбрасывают, а для анализа используют последующие порции фильтрата.

3.2. В тех случаях, когда целью анализа является определение общего содержания алюминия, подготовку к анализу проводят следующим образом: в химический стакан отбирают 250 $см^3$ анализируемой воды, приливам 15 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и слабо кипятят жидкость, упаривая ее до остаточного объема 10-15 $см^3$. Затем, разбавив очищенной водой, нейтрализуют кислотность аммиаком до pH 3-4 (контроль по индикаторной бумажке), избегая избытка аммиака. Если в упаренной жидкости содержатся не растворившиеся частички, то до нейтрализации ее фильтруют, через маленький, быстро фильтрующий фильтр, собирая фильтрат и промывные воды в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ . В этой же колбе осуществляют к нейтрализацию. После этого доводят очищенной водой объем в колбе до метки, перемешивают и используют для анализа.

## 4. ОПРЕДЕЛЕНИЯ С АЛЮМИНОНОМ

4.1. Сущность метода состоит во взаимодействии ионов алюминия с алюминоном и измерении оптической плотности образующихся при этом окрашенных растворов. Метод применим для вод, содержащих и не содержащих фосфаты.

Чувствительность определения алюминия - 2 мкг в пробе.

Определению мешает содержание в анализируемой воде трехвалентного железа в концентрации свыше 0,5 $мг/дм^3$.

4.2.Приготовление рабочих растворов

Водный раствор алюминона 0,1%-ной концентрации. Растворяют 0,1 г алюминона в 100 $см^3$ счищенной воды. Раствор хранят в склянке темного стекла, в защищенном от света месте. Он устойчив в течение 2-3 суток.

Раствор аскорбиновой кислоты 0,3%-ной концентрации. Растворяют 0,3 v аскорбиновой кислоты в 100 $см^3$ очищенной воды. Готовят этот раствор в количестве, используемом в течение суток, так как реактив быстро окисляется кислородом воздуха.

4.2.1. Раствор уксуснокислого натрия 0,2 м концентрации готовят по ГОСТ 49I9.2-77.

4.2.2. Ацетатный буферный раствор с pH 5,4 готовят по ГОСТ 4919.2-77.

4.3. Приготовление основного и стандартных растворов

4.3.1. Основной раствор алюминия готовят по ГОСТ 4212-76. Раствор устойчив.

4.3.2.Стандартный раствор алюминия, содержащий 2 $мг/дм^3$ готовят из основного раствора.

В мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ отбирают 2 $см^3$ основного-раствора, доливают до метки очищенной водой, добавив предварительно 3-5 капель соляной кислоты. Стандартный раствор неустойчив, пригоден только в день приготовления.

4.4. Построение расчетного графика

4.4.1. В несколько мерных колб, вместимостью по 50 $см^3$, вводят различные объемы (1,0; 3,0; 5,0; 10,0 $см^3$) стандартного раствора, содержащего 2 $мг/дм^3$ алюминия, что соответствует 2,0; 6,0; 10,0; 20,0 мкг алюминия. Более 20 мкг алюминия вводить в колориметрируемый объем не следует, так как нарушается прямолинейность расчетного графика. Очищенной водой доводят объем жидкости в каждой колбе примерно до 40 см. Одновременно готовят 3-4 контрольных раствора, для чего в такие же мерные колбы вливают по 40 $см^3$ очищенной воды, затем во все колбы приливают по 2.5 $см^3$ цетатного буферного раствора, точно по 5 $см^3$ раствора алюминона, перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 10 минут, охлаждают, доливают до метки очищенной водой и еще раз хорошо перемешивают. Для каждой концентрации алюминия готовят 3-4 параллельных пробы; результаты используют для вычисления среднего арифметического расхождения между ниш не должны превышать 0,005 по шкале Д.

Через 5-7 минут измеряют оптическую плотность (А и Ас) всех растворов со светофильтрами с областью светопропускания 540 см в кюветах длиной 50 мм. Сравнение всех проб наполняют с очищенной водой. Из полученных результатов контрольных растворов составляют среднее арифметическое ($А_к$).

Для построения расчетного графика по оси абсцисс откладывают содержание алюминия в пробах мкг (С), а по оси ординат отвечающие игл величины ($А - А_к$ ). Прямую строят методом наименьших квадратов.

4.4.2. В тех случаях, когда, определение алюминия выполняется в водах, где присутствует железо свыше 0,5 $мг/дм^3$, расчетный график необходимо строить с использованием аскорбиновой кислоты. Для этого в несколько мерных колб, вместимостью 50 $см^3$ после введения различных объемов стандартного раствора алюминия (1,0;3,0; 5,0; 10,0 $см^3$) добавляют по 0,5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, приблизительно до 40 $см^3$ доливают очищенной водой,

перемешивают и спустя 2-3 минуты вводят 3,5 $см^3$ ацетатного буферного, раствора, точно 5 $см^3$ раствора алюминона, перемешивают. Затем нагревают на водяной бане в течение 10 минут, охлаждают и доводят объемы до метки очищенной водой. Перемешивают и через 5-7 минут измеряют оптические плотности и строят расчетный график п. 4.4.1.

4.4.3. Допустимо вычисление результатов с помощью множителя (К), который является средним арифметическим значением величины, определённой по формуле

$$K = \frac{C}{A - A_K},$$

где С - содержание алюминия, мкг в проба;

А - соответствующая этому количеству величина оптической плотности;

$A_K$ - среднее значение оптической плотности контрольных растворов.

4.5. Проведение анализа 4.5.1. Из пробы, приготовленной по пп. 3.1 или 3.2. отмеривают объем анализируемой воды, но не более 40 $см^3$, содержащий алюминия не более 20 мкг, в мерную колбу, вместимостью 50 $см^3$. Если в анализируемой воде предполагается присутствие железа, то приливают в колбу 0,5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты, затем доливают очищенной водой приблизительно до 40 $см^3$ и спустя 2-3 минуты приливают 2,5 $см^3$ буферного раствора и точно 5 $см^3$ раствора алюминона. Перемешав жидкость, ее нагревают на кипящей водяной бане в течение 10 минут, охлаждают, доливают до метки очищенной водой, еще раз хорошо перемешивают. Через 5-7 минут измеряют оптически плотность ($A_X$) на фотоколориметре со светофильтрами с областью светопропускания £40 нм, в кюветах длиной 50 мм в сравнении с очищенной водой.

4.6. Обработка результатов анализа. Пользуясь Соответствующим расчетным графиком, т.е. построенным с применением аскорбиновой кислоты (п. 4.4.2) или без нее (п. 4.4.1), находят содержания алюминия в колориметриуемой пробе. Для этого из оптической плотности раствора пробы ($A_X$) вычитают оптическую плотность контрольного раствора ($A_A$)

Полученную разность ($A_x$ - $A_K$ ) находят по оси ординат и под ной содержание алюминия ($C_P$) в пробе, Концентрацию алюминия ($Al^3$) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$\left(Al^{3+}\right) = \frac{C_p}{V} :$$

где $C_p$ - содержание алюминия в пробе, мкг, получаемое по расчетному графику, мкг/$см^3$ или мг/$дм^3$;

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

Допустимые погрешности результата определения алюминия с применением алюминона, с доверительной вероятностью P = 0,95 указаны в таблице.

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Содержание актиния в пробе,, мкг | 2,0-3,0 | 3,0-5,0 | 5,0-10,0 | 10,0–5,0 |
| Погрешность определения, % | 14-12 | 12-10 | 10-6 | 6-4 |

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН Всесоюзным дважды ордена Трудового Красного Знамени теплотехническим научно-исследовательским институтом ям, Ф.Э.Дзержинского (БТИ им. Ф.Э.Дзержинского)

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

2. УТВЕРЖДЁН Главным научно-техническим управлением энергетики а электрификации Минэнерго СССР 08.02.90

Заместитель начальника А.П. Берсенев

3. Срок первой проверки - 1996 г., периодичность проверки -5 лет

4. ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М., СПО "Союзтехэнерго", 1979) в части определения алюминия (раздел 13)

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО - ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения |
|---|---|
| ГОСТ 61-75 | 2 |
| ГОСТ 199-78 | 2 |
| ГОСТ 1770-74 | 2 |
| ГОСТ 3118-77 | 2 |
| ГОСТ 3758-75 | 2 |
| ГОСТ 3760-79 | 2 |
| ГОСТ 4212-76 | 4.3.1 |
| ГОСТ 4329-77 | 2 |
| ГОСТ 4919.2-77 | 4.2.3; 4.2.4 |
| ГОСТ 9859-74 | 2 |
| ГОСТ 13726-78 | 2 |
| ГОСТ 20292-74 | 2 |
| ГОСТ 23932-79 | 2 |
| ГОСТ 24104-88 | 2 |
| ОСТ 34-70-953.1-88 | 1 |
| ОСТ 34-70-953.2-88 | 2 |
| ТУ 6-09-11181-76 | 2 |
| ТУ 6-09-1678-77 | 2 |

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: ЭНЕРГЕТИКА, ТЕПЛОВЫЕ ЭЛЕКТРОСТАНЦИИ, ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ, АНАЛИЗ, АЛЮМИНИЙ

УТВЕРЖДАЮ
Начальник Департамента
науки и техники РАС "ЕЭС
России"
_____ А.П.Берсенев
"26" 03 1996 г.

# ИЗМЕНЕНИЕ №1
# «ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ. РД 34.37.523,11-90.»

Дата введения 01.07.96

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

Пункт 3 "Информационные данные". Заменить ссылки: ГОСТ 20292-74 на ГОСТ 2S227-91, ГОСТ 22932-79 на ГОСТ 25336-82, ТУ 6-09-1678-77 на ТУ 6-09-1678-86;

пятый абзац изложить новой редакции: "бюретки по ГОСТ 29251-91";

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

Пункт 4.2.1. Заменить слова: "0,1%-ной концентрации" на "Водный раствор алюминоне с массовой долей 0,1%".

Пункт 4.2.2. Заменись слова: "0,3%-ной концентрации" на "с массовой долей 0,3%".

Пункт 4.6. Дополнить новыми абзацами: "Результатами определений округляют до сотых долей числа" я "Результаты анализа записывают в журнал (приложение Б ОСТ 34-70-953.3-88)",

Дополнить новым разделом 5:

5 ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1 СХОДИМОСТЬ

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

5.2 Воспроизводимость

Средние результаты двух испытаний, полученные в разных лабораториях с использованием одних и тех же методов, па одной пробе, признаются достоверными (с доверительной вероятностью Р = 0,95), если расхождение

между ними не превышает 0,01 показаний шкалы оптической плотности прибора".

"информационные 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