РОССИЙСКОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО ЭНЕРГЕТИКИ И
ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ «ЕЭС. РОССИИ»
ДЕПАРТАМЕНТ НАУКИ И ТЕХНИКИ

СБОРНИК МЕТОДИК ХИМИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ ПРОМЫВОЧНЫХ РАСТВОРОВ ПРИ ХИМИЧЕСКИХ ОЧИСТКАХ ТЕПЛОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ

РД34.37.305-97

Москва 1998

gost.e-ecolog.ru

Составлено Открытым акционерным обществом "Фирма по наладке, совершенствованию технологии и эксплуатации электростанций и сетей ОРГРЭС"

Исполнители *Р.Л. МЕДВЕДЕВА, И.В. НИКИТИНА, О.Б. ПУЗЫРЕВА (ВХЦ), А.Г. АЖИКИН, А.В. СОЛОВЬЕВА, В.И. ОСИПОВА* (Центр СМСЛ)

Утверждено Департаментом науки и техники РАО "ЕЭС России" 21.01.97г.
Начальник *А.П.БЕРСЕНЕВ*

©СПО ОРГРЭС, 1998

УДК 621.187.3.543.3(083.96)

СБОРНИК МЕТОДИК ХИМИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ ПРОМЫВОЧНЫХ РАСТВОРОВ ПРИ ХИМИЧЕСКИХ ОЧИСТКАХ ТЕПЛОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ. РД34.37.305-97(1-16)

Срок действия установлен с 01.03.98 г.

I.ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1. Настоящий Сборник издан взамен "Инструкции по аналитическому контролю при химической очистке теплоэнергетического оборудования" (М.:СПО Союзтехэнерго, 1982).

2. Сборник содержит методики определения содержания основных компонентов промывочных растворов, концентрации реагентов и некоторых ингибиторов, аттестованные Центром стандартизации, метрологии, сертификации и лицензирования (СМСЛ) АО "Фирма ОРГРЭС".

3. При использовании методик, включенных в настоящий Сборник, следует выполнять требования безопасности:

При работе с кислотами и щелочами в соответствии с "Правилами техники безопасности при эксплуатации тепломеханического оборудования электростанций и тепловых сетей" (М.: Энергоатомиздат, 1985);

при приготовлении и использовании растворов в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88 и ГОСТ 12.1.007-76.

4. К выполнению анализов допускаются лица, имеющие среднее образование и практический опыт работы в химической лаборатории не менее 3 мес.

II. МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОСНОВНЫХ КОМПОНЕНТОВ ПРОМЫВОЧНЫХ РАСТВОРОВ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВЗВЕШЕННЫХ ВЕЩЕСТВ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В *ПРОМЫВОЧНЫХ РАСТВОРАХ*

РД34.37.305.1-97

Методика регламентирует порядок определения содержания взвешенных веществ гравиметрическим методом в промывочных растворах при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения содержания взвешенных веществ при принятой доверительной вероятности и определяет способы их выражения.

Результаты определения содержания взвешенных веществ в промывочных растворах используют для контроля за количеством отмытых отложений при химических очистках.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля являются промывочные растворы ингибированных минеральных кислот: соляной, сульфаминовой, серной, низкомолекулярных кислот (НМК) и их смесь с соляной кислотой, а также щелочей при промывках барабанных, водогрейных котлов и бойлеров.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА И ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА

2.1. При определении содержания взвешенных веществ следует применять средства измерений, посуду и вспомогательные устройства, перечень которых приведен в табл. 1.2.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Цена деления	НТД
1. Весы лабораторные аналитические	ВЛР-200	(0-200) г	0,00001 г	ГОСТ 24104-88
2. Термометр лабораторный	Ртутный стеклянный	(0-300)°С	5°С	ТУ25-2021.010-88ТТ

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1. Цилиндр измерительный вместимостью 250 см^3	—	ГОСТ 1770-74
2. Воронка конусообразная	—	ГОСТ 23932-90
3. Бюкс стеклянный	—	—
4. Фильтр бумажный (белая или красная лента)	—	—
5. Сушильный шкаф	СНОЛ 3.5.3.5.3.5/3-ИЗ У4.2	—

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод заключается в отделении на фильтре всех взвешенных веществ, содержащихся в определенном объеме перемешанной пробы и взвешивании их после высушивания при температуре 105°С до постоянной массы.

Метод позволяет определять содержание взвешенных веществ в кислых и щелочных промывочных растворах в диапазоне концентраций от 0,05 до 1,0 г/дм^3.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подготовках определению.

Бумажный фильтр (белая или красная лента) помещают в стеклянный бюкс и сушат в сушильном шкафу при температуре (105±5)°С до постоянного веса.

4.2. Выполнение определения.

При содержании взвешенных веществ в промывочном растворе от 0,05 до 0,3 г/дм^3 на анализ отбирают 500 см^3 пробы, при содержании более 0,3 г/дм^3 отбирают 100 см^3 пробы.

Из хорошо перемешанной пробы промывочного раствора а мерный стакан отбирают 100 или 500 см^3 и фильтруют через предварительно высушенный до постоянной массы фильтр. Первую порцию полученного фильтрата возвращают на фильтр, так как она может содержать волокна фильтрата. Стакан и осадок на филь-тре промывают несколько раз дистиллированной водой, затем фильтр с осадком помещают в тот же бюкс и высушивают до постоянной массы при температуре (105±5)°С.

Содержание взвешенных веществ (г/дм^3) вычисляют по формуле

$$C_{в.в.} = \frac{(a-b)\cdot 1000}{V} \quad (1)$$

где a — масса бюкса с фильтром и осадком, г;

b — масса бюкса с фильтром, г;

V— объем анализируемой пробы, дм^3,

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРОСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВЗВЕШЕННЫХ ВЕЩЕСТВ

5.1. В нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности определения содержания взвешенных веществ в промывочных растворах.

Результаты согласно МИ 1317-86 представляют в следующей форме:

$$C_l, C_h, P$$

5.2. Результат определения содержания взвешенных веществ с доверительной вероятностью $P = 0,9$ находится по табл. 3.

Таблица 3

Диапазон определяемых концентраций, г/дм^3	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), г/дм^3	Верхняя граница (наибольшее значение), г/дм^3
0,05-1,0	$C_l = -0,0011 + 0,9221 C_{изм}$	$C_h = -0,0057 + 1,1174 C_{изм}$
Примечание. $C_{изм}$ — значение концентрации взвешенных веществ, определенное данным методом		

5.3. Пример определения содержания взвешенных веществ в промывочных растворах:

провести анализ согласно (см. п, 4);

рассчитать содержание взвешенных веществ по формуле (1)

при *(a - b)* = 0,0275 г/дм^3 и V = 500 дм^3

$$C_{в.в.} = 0,055 \text{ г/дм}^3;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания взвешенных веществ по табл. 3.

$$C_l = -0,001056 + 0,9221 \cdot 0,055 = 0,050;$$

$$C_h = -0,005731 + 1,1174 \cdot 0,055 = 0,056.$$

Таким образом, результат определения содержания взвешенных веществ находится в границах от 0,050 до 0,055 г/дм^3.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В ПРОМЫВОЧНЫХ РАСТВОРАХ

РД34.37.305.2-97

Методика регламентирует порядок определения содержания растворенного железа в промывочных растворах ингибированных минеральных и органических кислот и композиций на основе комплексонов комплексонометрическим методом.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения содержания железа при принятой доверительной вероятности и способы их выражения.

Результаты определения содержания растворенного железа используют для расчета количества соединений железа, вымытых из котла или другого оборудования при кислотной промывке.

1.СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля является промывочный раствор, полученный в процессе кислотной очистки теплоэнергетического оборудования и после нее.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

При определении содержания железа следует применять средства измерений, посуду, реактивы и растворы, перечень которых приведен в табл. 1-3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Класс точности
Весы лабораторные аналитические	ВЛР-2С0	0-200 г	2

Таблица 2

Посуда

Наименование	Тип	НТД
1. Колбы мерные	2-1000-2; 2-100-2	ГОСТ 1770-84
2. Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	—	ГОСТ 25336-82
3. Стакан мерный вместимостью 50 $см^3$	И-1-50 ТХС	ГОСТ 25336-82
4. Воронка конусообразная	—	ГОСТ 23932-79
5. Бюретка для титрования вместимостью 25 $см^3$	—	ГОСТ 20292-74
6. Пипетки	6-2-10; 6-2-5	ГОСТ 20292-84

Приведенные в табл. 1 и 2 средства измерений и посуда могут быть заменены на аналогичные с характеристиками не хуже указанных.

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная	—	ГОСТ 6709-72
2. Трилон Б, 0,1 Н раствор	—	ТУ 6-09-2540-72
3. Соляная кислота, 1 Н	х.ч.	ГОСТ 3118-77
4. Азотная кислота концентрированная	х.ч.	ГОСТ 4204-77
5. Аммиак водный 10%-ный	ч.д.а.	ГОСТ 3760-79
6. Сульфосалициловая кислота 20%-ная или сульфосалицилат натрия 10%-ный	ч.	ГОСТ 4478-78
7. Персульфат аммония	ч.	ГОСТ 3766-64

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на образовании прочного растворимого в воде комплекса иона железа (III) с динатриевой солью Этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б).

Титрование трилоном проводят в сильнокислой среде (pH = 2) в присутствии сульфосалициловой кислоты, применяемой в качестве индикатора после нагревания пробы до температуры 60-70°С.

При наличии в растворе ионов железа (III) после добавления сульфосалициловой кислоты раствор приобретает вишневый цвет сульфосалицилата железа, интенсивность которого зависит от концентрации железа.

При титровании пробы трилоном Б сульфосалицилат железа разрушается с образованием трилоната железа, имеющего лимонно-желтое окрашивание.

Метод позволяет определить содержание железа в растворе в диапазоне концентрации от 0,1 до 20 г/дм^3.

Определению содержания железа мешает медь, которая при pH = 2 неколичественно образует комплекс с трилоном Б, а также ингибитор и другие органические соединения, находящиеся в промывочном растворе. Поэтому перед определением производят предварительную обработку пробы в целях разрушения органических соединений и отделения меди.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подготовка пробы.

Если анализируемая проба мутная и в ней содержатся взвешенные вещества, то пробу необходимо отфильтровать.

4.2. Предварительная обработка пробы.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отбирают пипеткой 1-5 см^3 отфильтрованной пробы, добавляют 1-2 см^3 концентрированной соляной кислоты (в зависимости от объема пробы) ,0,1-0,2 г персульфата аммония и 50 см^3 горячей дистиллированной воды. Пробу кипятят 15-20 мин до объема 5-10

$см^3$, не допуская упаривания ее досуха. Затем осторожно добавляют горячую дистиллированную воду. Раствор должен иметь чисто желтый цвет; наличие нечеткого желтого окрашивания свидетельствует о неполном разрушении органических веществ в пробе. В этом случае обработку следует повторить, добавив вновь соляную кислоту и персульфат аммония (2-3 г).

При наличии в промывочном растворе органических соединений их разрушают путем добавления в пробу концентрированной азотной кислоты вместо персульфата аммония и соляной кислоты. На 1-5 $см^3$ пробы добавляют 3-15 $см^3$ азотной кислоты. Упаривание пробы проводят как было указано выше.

4.3. Выполнение определения при отсутствии меди.

Предварительно обработанную пробу доводят до кипения и медленно при интенсивном перемешивании нейтрализуют аммиаком, разбавленным водой в соотношении 1:1, до появления осадка гидроокиси железа (но не до полного осаждения). Добавляют несколько капель соляной кислоты до полного растворения гидроокиси железа ($pH = 2$), вводят 2 $см^3$ сульфосалицилата натрия и, нагрев пробу до температуры 70°С, титруют 0,1 Н раствором трилона Б до перехода окраски из вишневой в лимонно-желтую.

4.4. Расчет содержания железа.

Содержание железа ($г/дм^3$) вычисляют в пересчете на оксид железа (III) по формуле

$$C_{Fe_2O_3} = \frac{a \cdot 39,92 \cdot N}{V}, \quad (1)$$

где a — объем трилона Б, пошедший на титрование, $см^3$;

N — нормальность раствора трилона Б;

V — анализируемый объем пробы, $см^3$;

39,92 — грамм-эквивалент Fe_2O_3 в данной реакции.

4.5. Выполнение определения в присутствии меди.

Предварительно обработанную пробу доводят до кипения и медленно при интенсивном перемешивании нейтрализуют аммиаком, разбавленным водой в соотношении 1:1. При появлении отчетливого запаха аммиака в пробе количественно выпадает гидроокись железа. Пробу кипятят 1 мин для коагуляции осадка гидроокиси железа и быстро фильтруют через смоченный горячей водой фильтр. Осадок на фильтре промывают 2-3 раза горячей водой, собирая его со стенок воронки к центру.

Воронку помещают на колбу, в которой производилось осаждение, фильтр прокалывают стеклянной палочкой и смывают осадок в 2-3 приема 1 Н соляной кислотой, расходуя на это 10-15 $см^3$ кислоты. Затем фильтр промывают 2 раза горячей водой.

Раствор в колбе нагревают до полного растворения осадка и доводят значение pH раствора аммиаком до 2. Перед титрованием пробу нагревают до температуры 70°С, добавляют 2 $см^3$ сульфосалицилата натрия и титруют 0,1 Н раствором трилона Б до перехода окраски из вишневой в лимонно-желтую. Содержание железа вычисляют как указано в п. 4.4.

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА

5.1. В нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности определения содержания железа в промывочных растворах.

Результаты согласно МИ 1317-86 представляют в следующей форме:

$$C_l, C_h, P$$

5.2. Результат определения содержания железа с доверительной вероятностью $P = 0,9$ находится по табл. 4.

Таблица 4

Диапазон определяемых концентраций, г/дм^3	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), г/дм^3	Верхняя граница (наибольшее значение), г/дм^3
0,1-20	$C_l = -0,097 + 0,996C_{изм}$	$C_h = -0,026+1,028C_{изм}$
Примечание. $C_{изм}$ — значение концентрации железа, определенное данным методом.		

5.3. Пример определения содержания железа в промывочных растворах:
провести анализ (см. п. 4),
рассчитать содержание железа по формуле (1).
При $a = 5,1$ см^3, $N = 0,05$, $V = 1,0$ см^3

$$C_{Fe_2O_3} = 10,17\,г/дм^3;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания железа (см. п. 5.2)

$$C_l = -0,097 + 0,996 \cdot 10,17 = 10,03;$$

$$C_h = -0,026 + 1,028 \cdot 10,17 = 10,43.$$

Таким образом, результат определения содержания железа находится в границах от 10,03 до 10,43 г/дм^3.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В ПРОМЫВОЧНЫХ РАСТВОРАХ

РД34.37.305.3-97

Методика регламентирует порядок определения содержания соединений меди в промывочных растворах ингибированных минеральных и органических кислот и композиций на основе комплексонов комплексонометрическим методом.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения содержания соединений меди при принятой доверительной вероятности и способы их выражения.

Результаты определения содержания соединений меди используют для расчета количества соединений меди, вымытых из котла или другого оборудования при кислотной промывке.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля является промывочный раствор, полученный в процессе кислотной или щелочной очистки теплоэнергетического оборудования и после нее.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

При определении содержания меди следует применять средства измерений, посуду, вспомогательные устройства, растворы и реактивы, перечень которых приведен в табл. 1-3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Цена деления
Весы лабораторные аналитические	ВЛР-200, класс 2	0-200 г	0,0001 г

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1. Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	–	ГОСТ 25336-82
2. Бюретки для титрования вместимостью 25 $см^3$	—	ГОСТ 20292-84
3. Колбы мерные	2-1000-2; 2-100-2	ГОСТ 1770-84
4. Цилиндр измерительный вместимостью 10 $см^3$	—	ГОСТ 1770-84
5. Пипетки	6-2-10; 6-2-5	ГОСТ 20292-84
6. Стакан мерный	И-1-50-ТХС	ГОСТ 25336-82
7. Воронка конусообразная	—	ГОСТ 23932-79
8. Фильтр бумажный (красная или белая лента)	—	ТУ-6-09-1678-77

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	*Классификация*	*НТД*
1. Вода дистиллированная	–	ГОСТ 6709-72
2. Соляная кислота концентрированней (плотность 1,19)	х.ч.	ГОСТ 3118-77
3. Аммиак водный концентрированный	ч.д.а.	ГОСТ 3760-79
4. Персульфат аммония	ч.	ГОСТ 3766-64
5. Трилон Б 0,05 Н раствор (готовится из фиксанала)	—	ТУ 6-09-2540-72
6. Индикатор ПАН (0,1%-ный спиртовой раствор)	—	ГОСТ 14091-68
7. Спирт этиловый ректификованный технический	—	ГОСТ 18300-87
8. Ацетатный буферный раствор pH= 4,8 (растворяют 136 г уксусно-кислого натрия в воде, добавляют 60 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и доводят объем до 1 $дм^3$ дистиллированной водой)	—	—

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод основан на образовании устойчивого комплекса меди с трилоном Б в слабокислой среде. При титровании трилоном Б соединений меди, в присутствии индикатора ПАН розово-фиолетовая окраска комплекса "медь-ПАН" в точке эквивалентности изменяется на желто-зеленую,

соответствующую комплексу "медь-трилон".

При комнатной температуре реакция протекает замедленно и неколичественно, поэтому титруемый раствор нагревают до температуры 50-60°С.

Этим методом определяется сумма меди и цинка, если последний присутствует в растворе. Обычно присутствие цинка весьма незначительно, и результат анализа выдается в пересчете на CuO.

При содержании меди в растворе менее 2,0 г/дм^3 концентрация цинка незначительна, и его присутствием можно пренебречь. Однако в некоторых случаях возможно присутствие значительного количества цинка. Об этом свидетельствует высокое содержание меди в растворе (8-10 г/дм^3) при слабом окрашивании раствора в синий цвет после осаждения гидрооксида железа. Б этом случае следует определить содержание цинка отдельно и вычесть его из результата анализа. Разность будет соответствовать содержанию меди в растворе.

Метод позволяет определить содержание меди в кислых и щелочных промывочных растворах в диапазоне концентраций от 0,1 до 10 г/дм^3 CuO.

Определению меди мешает присутствие ингибиторов, ионов железа и цинка.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подготовка пробы.

Если анализируемая проба мутная и в ней содержится взвешенные вещества, то пробу необходимо отфильтровать.

4.2. Предварительная обработка пробы.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отбирают пипеткой 2-10 см^3 пробы, добавляют 1-2 см^3 концентрированной соляной кислоты (в зависимости от объема пробы), 0,1 -0,2 г персульфата аммония и 50 см^3 горячей дистиллированной воды (70-80°С). Пробу упаривают 15-20 мин до объема 5-10 см^3, не допуская упаривания ее досуха. Затем осторожно добавляют горячей дистиллированной воды. О полном разрушении органических веществ в пробе свидетельствует чисто-желтый цвет раствора.

При наличии в промывочном растворе органических соединений их разрушают путем добавления в пробу концентрированной азотной кислоты вместо персульфата аммония и соляной кислоты. На 1 -5 см^3 пробы добавляют 3-15 см^3 азотной кислоты.

Влияние ингибитора устраняют предварительным разрушением его персульфатом аммония в кислой среде, железо отделяют осаждением аммиаком. Необходимо двухкратное осаждение железа, Цинк титруют вместе с медью.

4.3. Выполнение определения.

Предварительно обработанную пробу доводят до кипения и медленно при интенсивном перемешивании нейтрализуют аммиаком до появления отчетливого запаха аммиака в пробе, при этом выпадает гидроокись железа. Пробу кипятят около 1 мин для коагуляции гидроокиси железа и быстро фильтруют через смоченный горячей дистиллированной водой фильтр (белая или красная лента) в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Осадок промывают горячей водой.

Для повторного осаждения железа воронку с фильтром и осадком переносят на колбу, где проводилось осаждение, Осадок растворяют в 10-15 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой (1:1). Фильтр

промывают два раза водой. В этом соляно-кислотном растворе повторно осаждают железо аммиаком; осадок фильтруют, используя фильтр, через который проводилось фильтрование в первый раз. Затем фильтр дважды промывают дистиллированной водой. Фильтрат и промывные воды объединяют с первым фильтратом в конической колбе вместимостью 250 см^3.

Значение *pH* в фильтрате доводят соляной кислотой до 4-5 (по универсальной индикаторной бумаге), добавляют 10 см^3 ацетатно-буферного раствора (*pH* = 4,8), 3-4 капли индикатора ПАН и медленно титруют при температуре раствора 40-50°С 0,05 Н раствором трилона Б до перехода окраски от красно-фиолетовой до желто-зеленой.

4.4. Расчет содержания меди.

Содержание меди в виде оксида (г/дм^3) определяют по формуле

$$C_{CuO_3} = \frac{a \cdot N \cdot 39,77}{V}, \quad (1)$$

где a — объем раствора трилона Б, пошедшего на титрование (титранта), см^3;

N — нормальность раствора трилона Б;

39,77 — грамм-эквивалент CuO в данной реакции с трилоном Б;

V — объем анализируемой пробы, см^3.

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ

5.1. В нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности определения содержания меди в промывочных растворах.

Результаты согласно МИ 1317-86 представляют в следующей форме:

$$C_l, C_h, P.$$

5.2. Результат определения содержания меди с доверительной вероятностью P = 0,9 находят по табл. 4.

Таблица 4

Диапазон определяемых концентраций, г/дм^3	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), г/дм^3	Верхняя граница (наибольшее значение), г/дм^3
0,1 - 0,5 0,5 -10	$C_{CuO_l} = -0,07+1,058C_{CuO_{изм}}$ $C_{CuO_l} = -0,034 +0,986C_{CuO_{изм}}$	$C_{CuO_h} = 0,044 + 0,983\ C_{CuO_{изм}}$ $C_{CuO_h} = 0,0353 +\ C_{CuO_{изм}}$
Примечание. $C_{CuO_{изм}}$ — значение концентрации меди, определенное данным методом.		

5.3. Пример определения содержания меди:

провести анализ (см. п. 4);

рассчитать содержание меди (CuO) по формуле (1):

При V = 5 см^3; a = 12,6 см^3; N = 0,05

$$C_{CuO_{изм}} = 5,011 г/дм^3;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания меди по табл. 4 для диапазона 0,5-10 г/дм^3

$$C_l = -0,034 + 0,986 \cdot 5,011 = 4,907;$$

$$C_h = 0{,}03453 + 5{,}011 = 5{,}046$$

Таким образом, результат определения содержания меди находится в границах от 4,907 до 5,046 г/дм^3.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В ПРОМЫШЛЕННЫХ РАСТВОРАХ

РД 34.37.305.4-97

Методика регламентирует порядок определения содержания цинка комплексонометрическим методом при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения содержания цинка при принятой доверительной вероятности и способы их выражения.

Результаты определения содержания цинка используют для контроля за количеством отмытых соединений цинка при химических очистках.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля являются промывочные растворы ингибированных кислот (соляной, сульфаминовой), щелочей, а также растворы комплексонов и композиций на их основе с лимонной или серной кислотами.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕУСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

При определении содержания цинка следует применять средства измерений, посуду, вспомогательные устройства, растворы и реактивы, перечень которых приведен в табл. 1-3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Метрологические характеристики	Примечание
1. Весы лабораторные аналитические	ВЛР-200	0-200 г	Цена деления 0,00001 г	ГОСТ 24104-88
2. *pH*-метр	*pH-121*	−1÷+14	Основная абсолютная погрешность ±0,04	—
3. Термометр лабораторный	ТЛ-2	0-100°С	Основная абсолютная погрешность ±1°С	—

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1. Колбы мерные	2-1000-2	ГОСТ 1770-84
2. Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	—	ГОСТ 25336-82
3. Бюретки для титрования вместимостью 5 и 25 $см^3$	—	ГОСТ 20292-84
4. Воронка конусообразная	—	ГОСТ 23932-79
5. Цилиндр измерительный вместимостью 10 $см^3$	—	ГОСТ 1770-84
6. Пипетка	2-2-10	ГОСТ 20292-84
7. Капельница для однократной дозировки	—	ГОСТ 25336-82
8. Фильтр бумажный (красная или белая лента)	—	—

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная	—	ГОСТ 6709-72
2. Трилон Б, 0,1 Н и 0,05 Н растворы (готовятся из фиксанала)	ч.д.а.	ТУ 6-09-2540-72
3. Соляная кислота концентрированная (плотность 1,19)	х.ч.	ТУ 6-09-2540-72
4. Уксусная кислота 20%-ной концентрации	х.ч.	ГОСТ 61-75
5. Аммиак водный, 25%-ный концентрации	х.ч.	ГОСТ 3760-79
6. Тиосульфат натрия кристаллический	ч.	—
7. Персульфат аммония кристаллический	ч.	—
8. Индикатор ксиленоловый оранжевый, 0,1%-ный водный раствор (растворяют 0,1 г индикатора в 100 $см^3$ дистиллированной воды)	—	—
9. Ацетатно-буферный раствор pH = 4,8 (растворяют 136 г уксусно-кислого натрия в воде, добавляют 60 $см^3$ концентрированной уксусной кислоты и доводят объем до 1 $дм^3$)	—	—
10. Спирт этиловый ректификационный технический	—	ГОСТ 18300-87

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на образовании устойчивого комплекса цинка с трилоном Б в слабокислой среде. При титровании соединений цинка трилоном Б в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого, красно-коричневая окраска комплекса "цинк-индикатор" в точке эквивалентности изменяется на желто-оранжевую, соответствующую комплексу "цинк-трилон".

Определению содержания цинка мешает присутствие ионов железа, алюминия и меди.

Железо и алюминий осаждают аммиаком в виде гидроксидов, а медь связывают перед титрованием цинка в тиосульфатный комплекс.

Метод позволяет определить содержание цинка в кислых и щелочных промывочных растворах в диапазоне концентрации от 0,1 до 1,0 г/дм^3.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подготовка пробы.

Если анализируемая проба не прозрачна, и в ней содержатся взвешенные вещества, то пробу необходимо отфильтровать.

4.2. Предварительная обработка пробы.

Б коническую колбу вместимостью 250 см^3 отбирают пипеткой 10-25 см^3 промывочного раствора, добавляют 5-10 см^3 концентрированной соляной кислоты (в зависимости от объема пробы), 0,1 -0,2 г персульфата аммония и 50 см^3 горячей дистиллированной воды температурой 70-80°С. Пробу нагревают до кипячения и упаривают 15-20 мин до объема 5-10 см^3, не допуская упаривания ее досуха. О полном разрушении органических веществ и ингибиторов в пробе свидетельствует прозрачность раствора,

4.3. Выполнение определения.

К предварительно обработанной пробе добавляют горячей дистиллированной воды до объема 50 см^3 и доводят до кипячения. Сняв пробу с огня, медленно добавляют аммиак (при интенсивном перемешивании) до появления отчетливого запаха аммиака в пробе и выпадения гидроокиси железа.

Пробу кипятят около 1 мин для коагуляции гидроокиси железа и быстро фильтруют через смоченный горячей дистиллированной водой фильтр (белая или красная лента) в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Осадок промывают горячей дистиллированной водой. Для исключения возможности занижения результатов определения содержания цинка необходимо повторное осаждение железа,

Для повторного осаждения железа воронку с фильтром и осадком переносят на колбу, в которой проводилось осаждение. Осадок растворяют 10-15 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1:1. Фильтр промывают два раза водой. В полученном солянокислотном растворе повторно осаждают железо аммиаком; осадок фильтруют через тот же бумажный фильтр и в ту же коническую колбу вместимостью 250 см^3, которые были использованы при первом осаждении железа, и дважды промывают горячей дистиллированной водой.

Фильтрат, полученный после двукратного осаждения железа, упаривают до объема 100 см^3, охлаждают до температуры 40°С и подкисляют 20%-ным раствором уксусной кислоты до значения $pH \approx 4 \div 5$. В подкисленную пробу добавляют 1 г кристаллического тиосульфата натрия и оставляют на 5 мин для связывания меди в тиосульфатный комплекс (при наличии в пробе большого количества меди фильтрат мутнеет, что не мешает дальнейшему титрованию) , после чего добавляют 5 см^3 ацетатно-буферного раствора, 6-7 капель индикатора ксиленолового оранжевого и титруют трилоном Б до перехода в точке эквивалентности от красно-коричневой окраски до желтой. При небольших концентрациях цинка окраска раствора изменяется от оранжевой до желтой.

Содержание цинка (г/дм^3) вычисляют по формуле

$$C_{Zn} = \frac{a \cdot N \cdot 32,69}{V}, \quad (1)$$

где a — объем раствора трилона Б, пошедшего на титрование, см^3;

N — нормальность раствора трилона Б;

32,69 — грамм-эквивалент Zn в данной реакции с трилоном Б;

V — объем анализируемой пробы, см^3.

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА

5.1. В нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности определения содержания цинка в промывочных растворах.

Результаты согласно МИ 1317-86 представляют в следующей форме:

$$C_l, C_h, P.$$

5.2. Результат определения содержания цинка с доверительной вероятностью $P = 0,9$ находится по табл. 4.

Таблица 4

Диапазон определяемых концентраций, г/дм^3	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), г/дм^3	*Верхняя* граница (наибольшее значение), г/дм^3
0,1-1,0	C_l = -0,0045+ 0,9789 $C_{изм}$	C_h = -0,0087 +1,0532 $C_{изм}$
Примечание. $C_{изм}$ — значение концентрации цинка, определенное данным методом.		

5.3. Пример определения содержания цинка в промывочных растворах:

провести анализ (см. п. 4);

рассчитать содержание цинка по формуле (1).

При a = 7,7 см^3; V = 25 см^3; N= 0,05

$$C_{Zn} = 0,5\,г/дм^3;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания цинка по табл. 4.

$$C_l = -0,0045 + 0,9789 \cdot 0,5 = 0,49;$$

$$C_h = -0,0087 + 1,0532 \cdot 0,5 = 0,52.$$

Таким образом, результаты определения содержания цинка находятся в границах от 0,49 до 0,52 г/дм^3.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СУММЫ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ В ПРИСУТСТВИИ ЖЕЛЕЗА И МЕДИ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИНДИКАТОРОМ КИСЛОТНЫМ ХРОМ ТЕМНО-СИНИМ

РД34.37.305.5-97

Методика регламентирует порядок определения содержания суммы кальция и магния комплексонометрическим методом с индикатором кислотным хром темно-синим при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения содержания суммы кальция и магния при принятой доверительной вероятности и способы их выражения.

Результаты определения содержания кальция и магния в промывочных растворах используют для контроля за качеством отмывки теплоэнергетического оборудования.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля являются промывочные растворы минеральных кислот, растворы композиций на основе комплексонов, растворы карбоновых кислот и смеси их с соляной кислотой, содержащие одновременно большое количество кальция, магния, железа и незначительное количество меди. Эти растворы применяются для химических очисток котлов среднего и высокого давления и при промывках промышленных котельных.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕУСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

При определении содержания суммы кальция и магния следует применять средства измерений, вспомогательные устройства, посуду, растворы и реактивы, перечень которых приведен в табл. 1-3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Класс точности
Весы лабораторные аналитические	ВЛР-200	0-200 г	2

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1. Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	—	ГОСТ 25336-82
2, Бюретки для титрования вместимостью 5 и 25 $см^3$	—	ГОСТ 20292-84
3. Колбы мерные	2-1000-2	ГОСТ 1770-84
4. Цилиндр измерительный вместимостью 10 $см^3$	—	ГОСТ 1770-84
5. Пипетка	2-2-10	ГОСТ 20292-84
6. Капельница для однократной дозировки	—	ГОСТ 25336-82
7. Воронка конусообразная	—	ГОСТ 23932-79
8. Фильтр бумажный (красная или белая лента)	—	—

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная	—	ГОСТ 6709-72
2. Соляная кислота концентрированная (плотность 1,19)	х.ч.	
3. Аммиак водный 25%-ный	х.ч.	ГОСТ 3760-79
4. Персульфат аммония кристаллический	ч	—
5. Трилон Б 0,1 Н и 0,05 Н раствор (готовится из фиксанала)	ч.д.а,	ТУ 5-09-2540-72
6. Сульфид натрия 2%-ной концентрации (растворяют 2 г вещества в 100 $см^3$ дистиллированной воды)	ч.д.а.	—
7. Хлористый аммоний	х.ч.	ГОСТ 3773-72

Окончание таблицы 3

Наименование	Классификация	НТД
8. Индикатор кислотный хром темно-синий 0,5%-ной концентрации (растворяют 0,5 г индикатора в 20 $см^3$ аммиачного буферного раствора и доводя- объем раствора до 100 $см^3$ этиловым спиртом)		ГОСТ 14091-68
9. Спирт этиловый ректификованный технический	—	ГОСТ 18300-87
10. Азотам кислота (плотность 1,33)	х.ч.	—
11. Аммиачный буферный раствор pH= 10 (растворяют 20 г х.ч. хлористого аммония, добавляют 100 $см^3$ 25%-ного раствора аммиака и разбавляют до 1 $дм^3$ дистиллированной водой).		

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод основан на образовании прочных, растворимых в воде комплексов кальция и магния с трилоном Б при определенном значении pH среды в присутствии индикатора кислотного хром темно-синего.

Определению суммы кальция и магния мешают железо, медь и цинк. Железо удаляют в виде гидрооксидов, а затем в полученном фильтрате, связав медь и цинк сульфидом натрия, определяют сумму кальция и магния титрованием трилоном Б с индикатором кислотным хром темно-синим.

Метод позволяет определить содержание суммы кальция и магния в промывочных растворах в диапазоне концентраций от 0,2 до 15 г/дм^3.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Предварительная обработка пробы.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отбирают пипеткой 1-5 см^3 отфильтрованной пробы, добавляют 1-5 см^3 концентрированной соляной кислоты (в зависимости от объема пробы), 0,1-0,2 г персульфата аммония и 50 см^3 горячей дистиллированной воды (температурой 70-80°С). Пробу упаривают 15-20 мин до объема 10-15 см^3, не допуская упаривания ее досуха. Затем осторожно добавляют горячей дистиллированной водой до объема 20-30 см^3. Раствор должен быть прозрачным. Наличие в пробе осадка свидетельствует о неполном разрушении органических веществ, В этом случае обработку следует повторить, добавив вновь соляную кислоту и персульфат аммония,

Обработку растворов композиций на основе комплексонов и при наличии: я них органических соединений проводят путем добавления в пробу концентрированной азотной кислоты. На 1-5 см^3 пробы добавляют 3-15 см^3 азотной кислоты. Упаривание пробы проводят как указано выше.

4.2. Выполнение определения.

Обработанную пробу разбавляют горячей дистиллированной водой до объема 20-30 см^3, при непрерывном перемешивании добавляют по каплям концентрированный аммиак до выпадения железа в виде гидроокиси. Пробу кипятят около 1 мин для коагуляции железа и быстро фильтруют через смоченный горячей дистиллированной водой фильтр (белая или красная лента) в коническую колбу вместимостью 250 см^3, осадок на фильтре промывают два раза горячей дистиллированной водой, собирая промывные воды в ту же колбу. К фильтрату добавляют 1 см^3 раствора сульфида натрия 2%-ной концентрации, перемешивают, добавляют 5 см^3 аммиачного буферного раствора и 7-8 капель индикатора кислотного хром темно-синего и титруют раствором трилона Б 0,1 или 0,05 Н концентрации до изменения окраски от красной до сине-сиреневой.

4.3. Расчет содержания суммы кальция и магния.

Содержание суммы кальция и магния в пересчете на Ca, г/дм^3 вычисляют по формуле

$$C_{Ca} = \frac{a \cdot N \cdot 20}{V}, \quad (1)$$

где a — объем раствора трилона Б, пошедшего на титрование, см^3;

N — нормальность раствора трилона Б;

20— грамм-эквивалент кальция;

V — объем анализируемой пробы, см^3.

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕНЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУММЫ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

5.1. В нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности определения содержания суммы кальция и магния в промывочных растворах,

Результаты согласно МИ 1317-86 представляют в следующей форме;

$$C_l, C_h, P.$$

5.2. Результат определения содержания суммы кальция и магния с доверительной вероятностью P = 0,9 находится по табл. 4.

Таблица 4

Диапазон определяемых концентра-ций,г/дм^3	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), г/дм^3	Верхняя граница (наибольшее значение), г/дм^3
0,2-15	C_l = -0,003 + 0,978 $C_{изм}$	C_h = 0,001+0,996 $C_{изм}$
Примечание. $C_{изм}$ — значение концентрации суммы кальция и магния, определенное данным методом.		

5.3. Пример определения содержания суммы кальция и магния:

провести анализ (см. п. 4};

рассчитать содержание суммы кальция и магния по формуле (1).

При a = 1,98 см^3; N = 0,05, V = 10 см^3

$$C_{Ca} = 0{,}198 г/дм^3;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания суммы кальция и магния по табл. 4

$$C_l = -0{,}003 + 0{,}978 \cdot 0{,}198 = 0{,}186;$$

$$C_h = 0{:}001 + 0{,}996\text{-}0{,}198 = 0{,}1982$$

Таким образом, результат определения содержания суммы кальция и магния находится в границах от 0,186 до 0,1982 г/дм^3.

ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУММЫ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ В ПРИСУТСТВИИ ЖЕЛЕЗА И МЕДИ

РД.34.37.305.6-97

КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИНДИКАТОРОМ ПАН

Методика регламентирует порядок определения содержания суммы кальция и магния комплексонометрическим методом с индикатором ПАН в промывочных растворах при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения содержания суммы кальция и магния при принятой доверительной вероятности и способы их выражения.

Результаты определения содержания кальция и магния в промывочных растворах используют для контроля за качеством отмывки теплоэнергетического оборудования.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля являются промывочные растворы минеральных кислот и растворы композиций на основе комплексонов, содержащие одновременно большое количество кальция, магния, железа и меди, применяемые для химических очисток котлов среднего и высокого давления и при промывках промышленных котельных.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

При определении содержания кальция и магния следует применять средства измерений, вспомогательные устройства, посуду,

реактивы и растворы, перечень которых приведен в табл. 1-3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Класс точности
Весы лабораторные аналитические	ВЛР-200	0-200 г	2

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1. Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	—	ГОСТ 25336-82
2. Бюретка для титрования вместимостью 25 $см^3$	—	ГОСТ 20292-74
3. Колбы мерные	2-1000-2; 2-100-2; 2-50-2	ГОСТ 1770-74
4. Цилиндр измерительный вместимостью 10 $см^3$	—	ГОСТ 1770-74
5. Пипетка	2-2-10	ГОСТ 20292-74
6. Капельница для однократной дозировки	—	ГОСТ 25336-82
7. Воронка конусообразная	—	ГОСТ 23932-78
8. Фильтр бумажный (красная или белая лента)	—	—

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная	—	ГОСТ 6709-72
2. Трилон Б 0,1 Н раствор готовится из фиксанала	ч.д.а.	ТУ 6-09-2540-72
3. Аммиак концентрированный	ч.д.а.	ГОСТ 3760-79
4. Соляная кислота концентрированная (плотность 1,19)	х.ч.	ТУ 6-09-2540-72
5. Персульфат аммония кристаллический	ч.д.а.	—
6. Уксусная кислота	х.ч.	ГОСТ 61-75
7. Ацетат натрия	х.ч.	ГОСТ 196-68

Окончание таблицы 3

Наименование	Классификация	НТД
8. Раствор индикатора ПАН 0,1%-ной концентрации (растворяют 0,1 г индикатора в 100 $см^3$ этилового спирта. Раствор устойчив.)		
9. Спирт этиловый ректификованный технический	—	ГОСТ 18300-87
10. Ацетатный буферный раствор pH= 4,8-5,0 (растворяют 136 г уксуснокислого натрия в воде, приливают 60 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и доводят объем до 1 $дм^3$)		

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод основан на образовании прочных растворимых в воде комплексов кальция и магния с трилоном Б при определенном значении *pH* среды.

Определению суммы кальция и магния мешают железо, алюминий, медь и цинк. Железо и алюминий удаляют в виде гидрооксидов. В полученном фильтрате медь, цинк и сумму кальция и магния определяют, оттитровывая их при различных значениях *pH* с индикатором ПАН.

Метод позволяет определить содержание суммы кальция и магния в промывочных растворах в диапазоне концентраций от 0,2 до 15 г/дм^3.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Предварительная обработка пробы.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отбирают пипеткой 1-5 см^3 исследуемой пробы, добавляют 1-5 см^3 концентрированной соляной кислоты (в зависимости от объема пробы), 0,1 -0,2 г персульфата аммония и 50 см^3 горячей дистиллированной воды (температурой 70-80°С). Пробу кипятят 15-20 мин до объема 5-10 см^3, не допуская упаривания ее досуха. Затем осторожно добавляют горячей дистиллированной водой до объема 30-40 см^3. Раствор должен быть прозрачным, наличие взвеси свидетельствует о неполном разрушении органических веществ в пробе. В этом случае обработку следует повторить, добавив вновь соляную кислоту и персульфат аммония.

Обработку пробы раствора композиции на основе комплексонов или лимонной кислоты, а также при наличии в промывочном растворе органических соединений производят путем добавления в пробу концентрированной азотной кислоты вместо персульфата аммония и соляной кислоты. На 1-5см^3 пробы добавляют 3-15см^3 концентрированной азотной кислоты.

4.2. Выполнение определения.

К предварительно обработанной пробе добавляют горячей дистиллированной воды до объема 30-40 см^3 и осторожно при непрерывном перемешивании добавляют по каплям концентрированный аммиак до появления бурых хлопьев гидрооксида железа и отчетливого запаха аммиака. Пробу кипятят около 1 мин для коагуляции гидроокиси железа и быстро фильтруют через смоченный горячей дистиллированной водой фильтр, (белая или красная лента) в коническую колбу вместимостью 250 см^3 (фильтрат 1). Осадок на фильтре дважды промывают горячей дистиллированной водой, а затем растворяют на фильтре горячей соляной кислотой (температурой 60-70°С), разбавленной в соотношении 1:1, и собирают раствор в тот же стакан, где проводилось первое осаждение гидрооксида железа, дважды промывая фильтр горячей дистиллированной водой.

В соляно-кислом растворе повторно осаждают железо концентрированным аммиаком, осадок фильтруют и промывают, собирая фильтрат и промывные воды в фильтрат 1. В полученном после двукратного осаждения железа фильтрате оттитровывают сумму меди и цинка, для чего по универсальной индикаторной бумаге доводят значение рараствора до 4-5, нагревают раствор до температуры 60°С, добавляют 10 см^3 ацетатно-буферного раствора, 3-4 капли 0,1 %-ного раствора индикатора ПАН и быстро титруют раствором трилона Б до перехода красной окраски раствора в желтую.

Оттитрованную пробу охлаждают, добавляют 10 см^3 концентрированного

аммиака. Появление в растворе красной или розовой окраски свидетельствует о наличии в нем кальция или магния. Раствор титруют трилоном Б до перехода красной или розовой окраски в желтую.

4.3. Расчет содержания суммы кальция и магния.

Содержание суммы кальция и магния в пересчете на Са (г/дм^3} вычисляют по формуле

$$C_{Ca} = \frac{a \cdot N \cdot 20}{V} \quad (1)$$

где a — объем раствора трилона Б, пошедшего на титрование, после добавления аммиака и повышения pH пробы, см^3;

N — нормальность раствора трилона Б;

20 — грамм-эквивалент кальция;

V — объем анализируемой пробы, см^3.

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУММЫ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

5.1. В нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности определения содержания суммы магния и кальция в промывочных растворах.

Результаты согласно МИ 1317-86 представляют в следующей форме:

$$C_l, C_h, P.$$

5.2. Результат определения содержания суммы магния и кальция с доверительной вероятностью P = 0,9 находится по табл. 4.

Таблица 4

Диапазон определяемых концентраций, г/дм^3	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), г/дм^3	Верхняя граница (наибольшее значение), г/дм^3
0,2 - 15	C_l = -0,007 + 0,983 $C_{изм}$	C_h = -0,008+1,008 $C_{изм}$
Примечание. $C_{изм}$ — значение концентрации суммы кальция и магния, определенное данным методом.		

5.3. Пример определения содержания суммы кальция и магния:

провести анализ (см. п. 4);

рассчитать содержание суммы кальция и магния по формуле (1).

При a = 7,4 см^3; N =0,1; V = 2 см^3

$$C_{Ca} = 7,40\, г/дм^3;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания суммы кальция и магния по табл. 4

$$C_l = -0,007 + 0,983 \cdot 7,40 = 7,27;$$

$$C_h = -0,008 + 1,008 \cdot 7,70 = 7,45.$$

Таким образом, результат определения содержания суммы кальция и магния находится в границах от 7,27 до 7,45 г/дм^3.

РАЗДЕЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЙ В ПРИСУТСТВИИ ЖЕЛЕЗА И МЕДИ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИНДИКАТОРОМ КИСЛОТНЫМ ХРОМ ТЕМНО-СИНИМ

РД 34.37.305.7-97

Методика регламентирует порядок раздельного определения содержания кальция и магния из одной пробы комплексонометрическим методом с индикатором кислотным хром темно-синим в промывочных растворах при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности раздельного определения содержания кальция и магния при принятой доверительной вероятности и способы их выражения.

Результаты раздельного определения содержания кальция и магния в промывочных растворах используют для контроля за качеством отмывки теплоэнергетического оборудования.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля являются промывочные соляно-кислотные растворы, растворы карбоновых кислот и смеси их с соляной кислотой при минимальном содержании железа и меди, применяемые для химических очисток теплообменного оборудования и промышленных котельных.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕУСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

При определении раздельного содержания кальция и магния следует применять средства измерений, вспомогательные устройства, посуду, растворы и реактивы, перечень которых приведен в табл.1-3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Цена деления
Весы лабораторные аналитические 2-го класса точности	ВЛР-200	0-200 г	0,0001 г

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1. Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	—	ГОСТ 25336-82
2. Бюретки для титрования вместимостью 5 и 25 $см^3$	—	ГОСТ 20292-84
3. Колбы мерные	2-1000-2	ГОСТ 1770-84
4, Цилиндр измерительный вместимостью 10 $см^3$	—	ГОСТ 1770-84
5. Пипетка	2-2-10	ГОСТ 20292-84
6. Капельница для однократной дозировки	—	ГОСТ 25336^82
7. Воронка конусообразная	—	ГОСТ 23932-79
8. Фильтр бумажный ({фасная или белая лента)	—	—

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная	—	ГОСТ 6709-72
2. Соляная кислота 2 Н концентрации (165 $см^3$ концентрированной соляной кислоты растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды)	х.ч.	—
3. Аммиак водный 25%-ной концентрации	х.ч.	ГОСТ 3760-79
4. Трилон Б фиксанал	ч.д.а.	ТУ 6-09-2540-72
5. Хлористый аммоний	х.ч.	ГОСТ 3773-72
6. Индикатор кислотный хром темно-синий 0,5 %-ной концентрации (растворяют 0,5 г индикатора в 10 $см^3$ аммиачного буферного раствора и доводят объем раствора до 100 $см^3$ этиловым спиртом)	—	ГОСТ 14091-68

Окончание таблицы 3

Наименование	Классификация	НТД
7. Спирт этиловый ректификованный технический	—	ГОСТ 18300-87
8. Даэтилдитиокарбаминат натрия кристаллический	ч.д.а.	ГОСТ 8864-71
9. Раствор едкого натра 2 Н концентрации (80 г сухого едкого натра растворяют в дистиллированной воде в фарфоровой кружке. После охлаждения его переливают в мерную колбу и доводят объем дистиллированной водой до 1 $дм^3$)	—	—
10. Аммиачный буферный раствор *pH*= 10 (растворяют 20 г *х.ч.* хлористого аммония, добавляют 100 $см^3$ 25 %-ного раствора аммиака и доводят объем раствора до 1 $дм^3$ дистиллированной водой)	—	—

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод основан на образовании прочных, растворимых в воде комплексов кальция и магния с трилоном Б при определенном значении *pH* среды в присутствии индикатора кислотного хром темно-синего.

Определению содержания кальция и магния мешают железо, медь и цинк, которые связывают в комплекс диэтилдитиокарбаминатом натрия (ДДК), а затем из одной пробы при разном значении *pH* среды определяют отдельно содержание кальцияи магния титрованием трилоном Б с индикатором кислотным хром темно-синим.

Метод позволяет определить содержание кальция в промывочных растворах в диапазоне концентраций от 0,2 до 10 $г/дм^3$ и магния в диапазоне концентраций от 0,6 до 3 $г/дм^3$.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Выполнение определения.

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ отбирают пипеткой 1-3 $см^3$ анализируемого раствора и добавляют к нему 0,3-1 г ДДК, который вводят по частям и перемешивают.

По мере введения ДДК выпадает мелкодисперсный осадок черно-коричневого цвета, и раствор темнеет, осадок постепенно укрупняется, и раствор становится прозрачным. Через 1 мин добавляют 50-60 $см^3$ *дистиллированной воды. Если осадок обильный и затемняет раствор настолько,* что это будет мешать титрованию, то раствор фильтруют или отбирают пробу меньшего объема и повторяют обработку ДДК. В отфильтрованной пробе определяют значение *pH* по индикаторной бумаге. Если *pH* меньше 8, доводят его значение до 8-9 раствором 2 Н едкого натра. Затем вводят 5 $см^3$ 2 Н раствора едкого натра, После полного осаждения гидроокиси магния (около 5 мин) вводят 6-8 капель индикатора кислотного хром темно-синего и титруют 0,1 Н

или 0,05 Н раствором трилона Б до изменения красной окраски в фиолетово-голубую, фиксируя количество раствора трилона Б, пошедшего на титрование ионов кальция.

Оттитрованную пробу нейтрализуют раствором 2 Н соляной кислоты до значения $pH = 8 \div 9$. После полного растворения гидроокиси магния добавляют 5 см^3 аммиачно-буферного раствора. Появление в пробе красной или розовой окраски свидетельствует о наличии магния, который оттитровывают 0,1 или 0,05 Н раствором трилона Б до изменения окраски в синевато-сиреневую, фиксируя количество раствора трилона Б.

4.2. Расчет содержания кальция и магния.

Содержание кальция и магния (г/дм^3) вычисляют по форму-

$$C_{Ca} = \frac{a \cdot N \cdot 20}{V}, \quad (1)$$

$$C_{Mg} = \frac{b \cdot N \cdot 12,6}{V}, \quad (2)$$

где a и b — расход раствора трилона Б (титранта), пошедшего на титрование ионов кальция и магния, см^3;

N — нормальность раствора трилона Б;

V— объем пробы, взятой для анализа, см^3;

20 и 12,16— грамм-эквиваленты кальция и магния.

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ РАЗДЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

5.3. В нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности раздельного определения содержания кальция и магния в промывочных растворах.

Результаты согласно МИ 1317-86 представляют в следующей форме:

$$C_l, C_h, P.$$

5.2. Результаты раздельного определения содержания кальция и магния с доверительной вероятностью $P = 0,9$ находят по табл. 4.

Таблица 4

Диапазон определяемых концентраций, г/дм^3	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), г/дм^3	Верхняя граница (наибольшее значение), г/дм^3
Кальция 0,2-10 Магния 0,6 - 3	$C_{Ca_l} = -0,004+0,98C_{Ca_{изм}}$ $C_{Mg_l} = 0,038 + 0,942\ C_{Mg_{изм}}$	$C_{Ca_h} = 0,019 + 0,978C_{Ca_{изм}}$ $C_{Mg_h} = 0,028 +0,995\ C_{Mg_{изм}}$
Примечание. $C_{Ca_{изм}}$ ($C_{Mg_{изм}}$) — значение концентрации кальция (магния), определенное данным методом.		

5.3. Пример раздельного определения содержания кальция и магния:

провести анализ (см. п. 4);

рассчитать содержание кальция и магния по формулам (1), (2).

При $a_{Ca} = 3,96$ см^2, $a_{Mg} = 1,97$ см^2, $N = 0,05$, $V = 2$ см^2

$$C_{Ca} = 0,198\,г/дм^3;$$

$$C_{Ca} = 0,600\,г/дм^3;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания кальция и магния по табл. 4

$$C_{Ca_l} = -0{,}004 + 0{,}98 \cdot 1{,}98 = 1{,}94;$$

$$C_{Ca_h} = 0{,}019 + 0{,}978 \cdot 1{,}98 = 1{,}96;$$

$$C_{Mg_l} = 0{,}0038 + 0{,}942 \cdot 0{,}6 = 0{,}603;$$

$$C_{Mg_h} = 0{,}028 + 0{,}995 \cdot 0{,}6 = 0{,}625.$$

Таким образом, результат определения содержания кальция находится в границах от 1,94 до 1,96 г/дм^3, магния — от 0,603 до 0,625 г/дм^3.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

РД 34,37.305.8-97

Методика регламентирует порядок определения содержания кремниевой кислоты гравиметрическим методом в промывочных растворах при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения содержания кремниевой кислоты при принятой доверительной вероятности и определяет способы их выражения.

Результаты определения содержания кремниевой кислоты в промывочных растворах используют для определения количества вымытых из котла соединений кремниевой кислоты.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля являются промывочные растворы ингибированных минеральных кислот и щелочей, смеси соляной кислоты с фторидами.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕУСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. При определении содержания кремниевой кислоты следует применять средства измерений, посуду, вспомогательные устройства, растворы и реактивы, перечень которых приведен в табл. 1-3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Цена деления
Весы лабораторные аналитические	ВЛР-200	0-200 г	0,00005 г

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1.Колбы мерные	2-1000-2	ГОСТ 1770-84
2. Цилиндр измерительный вместимостью 10 и 50 $см^3$	—	ГОСТ 1770-84
3. Пипетка	2-2-10	ГОСТ 20292-84
4. Чашка фарфоровая диаметром 12,0 см	—	—
5. Тигель фарфоровый диаметром 4,0 см	—	—
6. Фильтр бумажный (синяя лента)		—
7. Муфельная печь	СНОЛ 1.6.2.5.1/11М1	

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная	—	ГОСТ 6709-72
2. Соляная кислота концентрированная (плотность 1,19)	х.ч.	ТУ 6-09-2540-72
3. Двуокись кремния	ч.	ГОСТ 9428-60
4. Азотно-кислое серебро 5 %-ной концентрации (растворяют 5 г вещества в 100 $см^3$ дистиллированной воды)	—	ГОСТ 3760-79
5. Роданистый аммоний 10 %-ной концентрации (растворяют 10 г вещества в 100 $см^3$ дистиллированной воды)	—	—

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод основан на выделении кремниевой кислоты из промывочного раствора путем выпаривания пробы до сухого остатка и многократной обработке его концентрированной соляной кислотой для полного растворения всех присутствующих компонентов с последующим фильтрованием пробы для отделения кремниевой кислоты.

Метод позволяет определять содержание кремниевой кислоты в растворе в диапазоне концентраций от 0,1 до 1,0 $г/дм^3$.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

В фарфоровую чашку диаметром 10-12 см отмеряют цилиндром 50 $см^3$ промывочного раствора, после тщательного перемешивания его упаривают на водяной или песочной бане досуха. К сухому остатку приливают 20 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и упаривают кислоту досуха, тщательно растирая комочки осадка до тех пор, пока вся масса не станет однородной и совершенно сухой. Операцию по обработке сухого остатка соляной кислотой с последующим упариванием досуха повторяют 2-3 раза, но с меньшим количеством кислоты (10 $см^3$).

После упаривания и охлаждения чашки содержимое ее смачивают 10 $см^3$ соляной кислоты, приливают 50 $см^3$ кипящей дистиллированной воды и вновь нагревают на бане в течение 10 мин, тщательно перемешивая до полного растворения всех растворимых компонентов осадка.

Полученный раствор, декантируя, фильтруют через фильтр (синяя лента), запаренный кипящей дистиллированной водой, и отмывают сначала горячим раствором 1 %-ной соляной кислоты до исчезновения реакции на Fe^{3+} (проба с роданистым аммонием), а затем кипящей дистиллированной водой до исчезновения в фильтрате ионов хлора (проба с азотно-кислым серебром).

Фильтр с осадком подсушивают и помещают в предварительно прокаленный и доведенный до постоянной массы фарфоровый тигель.

Тигель с осадком осторожно, не допуская его воспламенения, озоляют на плитке, а затем прокаливают в муфельной печи в течение 1,5-2 ч при

температуре 950-1000°С до постоянной массы. Затем тигель с осадком после охлаждения его в эксикаторе взвешивают.

Содержимое кремниевой кислоты в пересчете на SiO_2 (г/дм^3) вычисляют по формуле

$$C_{SiO_2} = \frac{(a-b)\cdot 1000}{V}, \quad (1)$$

где a — масса тигля с осадком, г;

b — масса пустого тигля, г;

V — объем анализируемой пробы, см^3.

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ

5.1. В нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности определения содержания кремниевой кислоты в промывочных растворах.

Результаты согласно МИ 1317-86 представляют в следующей форме:

$$C_l, C_h, P.$$

5.2. Результат определения содержания кремниевой кислоты с доверительной вероятностью P = 0,9 находится по табл. 4.

Таблица 4

Диапазон определяемых концентраций, г/дм^3	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), г/дм^3	Верхняя граница (наибольшее значение), г/дм^3
0.1-1,0	C_l = -0,004+ 0,966 $C_{изм}$	C_h = -0,004-1,087 $C_{изм}$
Примечание. $C_{изм}$ — значение концентрации кремниевой кислоты. определенное данным методом.		

5.3. Пример определении содержания кремниевой кислоты в промывочных растворах:

провести анализ согласно (см. п. 4);

рассчитать содержание кремниевой кислоты по формуле (1).

При $(a-b)$ = 0,025 г, V = 50 см^3.

$$C_{SiO_2} = 0,5\,г/дм^3;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания кремниевой кислоты по табл. 4.

$$C_l = -0,004 + 0,966\cdot 0,5 = 0,48;$$

$$C_h = -0,004 + 1,087\cdot 0,5 = 0,54.$$

Таким образом, результат определения содержания кремниевой кислоты находится в границах от 0,48 до 0,54 г/дм^3.

III. МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ РЕАКТИВОВ И НЕКОТОРЫХ ИНГИБИТОРОВ

ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ КИСЛОТ АЦИДИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

РД34.37.305.9-97

Методика регламентирует порядок определения концентрации кислот объемным ацидиметрическим методом при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения концентрации кислот при принятой доверительной вероятности и определяет способ их выражения.

Результаты определения концентрации кислот используют для контроля за процессом приготовления реагента и расходом его в ходе химической очистки.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля являются промывочные растворы ингибированных кислот соляной, серной, сульфаминовой, а также растворы лимонной кислоты и концентрата низкомолекулярных кислот (НМК).

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

При определении концентрации кислоты следует применять средства измерений, посуду, вспомогательные устройства, растворы и реактивы, перечень которых приведен в табл. 1-3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Метрологические характеристики	Примечание
Весы лабораторные аналитические	ВЛР-200	0-200 г	Цена деления 0,00001	ГОСТ 24104-88

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1. Колбы мерные	2-1000-2	ГОСТ 1770-74
2, Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	—	ГОСТ 25336-82
3. Бюретки для титрования вместимостью 5 и 25 $см^3$	—	ГОСТ 29251-91
4. Воронка конусообразная	—	ГОСТ 23932-90
5. Пипетка	2-240	ГОСТ 29297-91
6. Капельница для однократной дозировки	—	ГОСТ 25336-91
7. Фильтр бумажный (красная, белая лента)	—	—

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная	—	ГОСТ 6709-72
2. Едкий натр, 0,1 Н и 0,01 Н растворы (готовятся из фиксанала)	—	ГОСТ 4328-77
3. Фтористый натрий (насыщенный раствор)	—	—
4. Индикатор метиловый оранжевый, 0,1%-ный водный раствор (растворяют ОД г индикатора в 100 $см^3$ дистиллированной воды)	—	—
5. Индикатор фенолфталеин, 0,1%-ный спиртовой раствор (растворяют 0,1 г индикатора в 100 $см^3$ этилового спирта)	—	—
6. Индикатор метиловый красный, 0,2%-ный спиртовой раствор (растворяют 0,2 г индикатора в 60 $см^3$ этилового спирта и добавляют 40 $см^3$ дистиллированной воды)	—	—
7. Спирт этиловый ректификационный технический	—	ГОСТ 18300-87

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на нейтрализации кислоты щелочью в присутствии кислотно-основных индикаторов: метилового оранжевого, метилового красного или фенолфталеина.

При определении концентрации минеральных кислот (соляной, серной, сульфаминовой) можно пользоваться любым из названных индикаторов, при определении концентрации органических кислот (лимонной, НМК) используют фенолфталеин.

Определению концентрации кислоты в промывочных растворах мешают соли железа, которые при значении $pH > 4$ подвергаются гидролизу по уравнению

$$FeCl_3 + 3NaOH = \underset{\downarrow}{Fe(OH)_3} + NaCl$$

При большом содержании железа в промывочном растворе общий расход щелочи может увеличиваться за счет того, что в процессе титрования по мере приближения к точке эквивалентности ($pH = 4 \div 6$) в растворе выпадает гидрооксид железа и возникающий при этом оранжевый цвет раствора растягивает переход окраски в точке эквивалентности. В этом случае мешающее влияние железа устраняется добавлением комплексователя, например, фтористого натрия.

Метод позволяет определять концентрацию кислоты при приготовлении реагента или в промывочном кислотном растворе от 0,05до 8,0%.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подготовка пробы.

Если анализируемый раствор не прозрачен и в нем содержатся взвешенные вещества, раствор необходимо отфильтровать.

4.2. Выполнение определения.

В колбу вместимостью 250 $см^3$ отбирают 1 -5 $см^3$ предварительно отфильтрованного анализируемого раствора, разбавляют дистиллированной водой до 100 $см^3$, добавляют 2-3 капли индикатора и титруют раствором едкого натра до перехода окраски от красной до желтой с индикатором метиловым оранжевым или фенолфталеином при титровании органических кислот.

Титрование целесообразно проводить со свидетелем, для чего в колбу вместимостью 250 $см^3$ отбирают 100 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 1,5 $см^3$ 0,1 Н раствора едкого натра и 2-3 капли индикатора.

Концентрацию кислоты *(%)* вычисляют по формуле

$$C_к = \frac{a \cdot Э \cdot N \cdot K \cdot 20}{V \cdot 1000}, \quad (1)$$

где a — объем раствора едкого натра, пошедшего на титрование, $см^3$;

$Э$ — грамм-эквивалент кислоты (для соляной — 36,5, для серной — 49, для сульфаминовой — 97, 1, для лимонной— 64);

N — нормальность раствора едкого натра;

K — коэффициент нормальности;

V — объем анализируемой пробы, $см^3$.

Примечания:

1. Если при титровании выпадает большое количество гидрооксида железа, мешающее отметить окончание титрования, целесообразно добавить 1 $см^3$ насыщенного раствора фтористого натрия и 2-3 капли индикатора метилового красного. Титрование следует проводить медленно, давая отстояться осадку гидрооксида железа, от красно-розовой до желтой окраски в толще раствора,

2. Основными составляющими НМК являются уксусная и муравьиная кислоты (эквивалентные массы соответственно 60 и 46). Целесообразно определять концентрацию НМК в растворе (%) в пересчете на уксусную по формуле

$$C_к = \frac{a \cdot N \cdot K \cdot 60 \cdot 100}{V \cdot 1000}, \quad (2)$$

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КИСЛОТ АЦИДИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

5.1. В нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности определения содержания кислот и промывочных растворах ацидиметрическим методом.

Результаты согласно МИ 1317-86 представляют в следующей форме:

$$C_l, C_k, P.$$

5.2. Результат определения содержания кислоты с доверительной вероятностью P = 0,9 находится по табл. 4.

Таблица 4

Диапазон определяемых концентраций, %	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), %	Верхняя граница (наибольшее значение), %
0,05-8,0	$C_l = -0{,}006 + 0{,}997\ C_{изм}$	$C_h = 0{,}011 + 1{,}005\ C_{изм}$
Примечание. $C_{изм}$ — значение концентрации кислоты, определенное данным методом.		

5.3. Пример определения содержания соляной кислоты в промывочных растворах:

провести анализ (см. п. 4),

рассчитать содержание соляной кислоты по формуле (I).

При $a = 13{,}5 см^3$, $Э = 36{,}5$, $N = 0{,}1$, $K = 1{,}02$, $V = 1 см^3$

$$C_{HCl} = 5{,}022\%;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания соляной кислоты по табл. 4.

$$C_l = -0{,}006 + 0{,}997\ C_{изм} = -0{,}006 + 0{,}997 \cdot 5{,}022 = 5{,}00;$$

$$C_h = 0{,}011 + 1{,}005\ C_{изм} 0{,}011 + 1{,}005 \cdot 5{,}022 = 5{,}06.$$

Таким образом, результат определения содержания соляной кислоты находится в границах от 5,00 до 5,06%.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ЩЕЛОЧИ И АММИАКА АЦИДИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

РД 34.37.305.10-97

Методика регламентирует порядок, определения концентрации щелочи и аммиака ацидиметрическим методом при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения концентрации щелочи и аммиака при принятой доверительной вероятности и определяет способы их выражения.

Результаты определения концентрации щелочи и аммиака используют для контроля за процессом приготовления реагентов и расхода их в ходе химической очистки.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля являются промывочные растворы для щелочения котлов и нейтрализации кислотных промывочных растворов.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

При определении концентрации щелочи и аммиака следует применять средства измерений, посуду, вспомогательные устройства, растворы и реактивы, перечень которых приведен в табл. 1 -3.

Таблица 3

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Метрологические характеристики	Примечание
Весы лабораторные аналогические	ВЛР-200	0-200 г	Цена деления 0,00001 г	ГОСТ 24104-88

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1.Колбы мерные	2-1000-2	ГОСТ 1770-74
2. Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	—	ГОСТ 25336-82
3. Бюретки для титрования вместимостью 250 $см^3$	—	ГОСТ 29251-91
4. Воронка конусообразная	—	ГОСТ 23932-90
5. Пипетка	2-2-10	ГОСТ 29297-91
6. Капельница для однократной дозировки	—	ГОСТ 25336-82
7. Фильтр бумажный (красная или белая лента)	—	—

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная		ГОСТ 6709-72
2. Кислота серная ОД Н раствор (готовится из фиксанала)	фиксанал	ТУ 6-09-2540-87
3. Индикатор фенолфталеин, 1%-ный спиртовой раствор (растворяют 1 г индикатора в 100 $см^3$ спирта)	ч.д.а	ГОСТ 5850-72
4. Индикатор метиловый оранжевый, 1%-ный водный раствор (растворяют ОД г индикатора в 100 $см^3$ дистиллированной воды)	—	ГОСТ 10816-64
5. Спирт этиловый ректификационный технический	—	ГОСТ 18300-87

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на реакции нейтрализации щелочи и аммиака кислотой в присутствии кислотно-основных индикаторов фенолфталеина и метилового оранжевого соответственно.

Метод позволяет определять концентрацию щелочи или аммиака при приготовлении реагентов и в щелочных промывочных растворах в диапазоне концентраций от 0,05 до 2,0%.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подготовка пробы.

Если анализируемая проба не прозрачна, и в ней содержатся взвешенные вещества, пробу необходимо отфильтровать.

При определении концентрации раствора реагента, если его расчетная концентрация больше 2%, разбавляют до 1-2%.

4.2. Выполнение определения.

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ отбирают 1-5 $см^3$ отфильтрованной пробы (в зависимости от расчетной концентрации как в баке приготовления реагентов, так и в контуре котла), добавляют до 100 $см^3$ дистиллированной воды, 2-3 капли индикатора фенолфталеин (для определения щелочи) или метилового оранжевого (для определения аммиака) и титруют 0,1 Н раствором серной кислоты до исчезновения малиновой окраски (определение щелочи), или до перехода окраски от желтой до оранжевой (определение аммиака).

Концентрацию щелочи или аммиака (%) вычисляют по формуле

$$C_{щ.ам} = \frac{a \cdot N \cdot Э \cdot 100}{V \cdot 1000}, \quad (1)$$

где a — объем раствора кислоты, пошедший на титрование, $см^3$;

N — нормальность раствора кислоты;

V— объем анализируемой пробы, $см^3$;

$Э$ — грамм-эквивалент (для щелочи — 40, для аммиака -17).

Примечание. При необходимости выразить концентрацию щелочи в мг-экв/дм^3 следует пользоваться формулой

$$C_{Щ} = \frac{a \cdot N \cdot 1000}{V}, \quad (2)$$

где а — объем раствора кислоты, пошедший на титрование, см^3;

N — нормальность раствора кислоты;

V — объем анализируемой пробы, см^3.

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЩЕЛОЧИ И АММИАКА

5.1. В нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности определения содержания щелочи и аммиака в промывочных растворах.

Результаты согласно МИ 1317-86 представляют в следующей форме;

$$C_l, C_h, P.$$

5.2. Результат определения содержания щелочи и аммиака с доверительной вероятностью Р = 0,9 находится по табл. 4.

Таблица 4

Диапазон определяемых концентраций, %	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), %	Верхняя граница (наибольшее значение), %
0,05-2,0	$C_{Щ_l} = 0{,}0048+0{,}949C_{изм}$ $C_{Ам_l} = -0{,}0056 + 0{,}9777C_{изм}$	$C_{Щ_h} = -0{,}00265 +1{,}0409C_{изм}$ $C_{Ам_h} = 0{,}0018 + 1{,}0328C_{изм}$
Примечание. $C_{изм}$ — значение концентрации щелочи и аммиака, определенное данным методом.		

5.3. Пример определения содержания щелочи в промывочных растворах:

провести анализ (см. п. 4);

рассчитать содержание щелочи по формуле (1).

При a = 2,55 см^3, Э = 40, N = 0,1, V= 5 см^3

$$C_{Щ_{изм}} = 0{,}204\%;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания щелочи по табл. 4.

$$C_{Щ_l} = 0{,}0048+0{,}949C_{изм} 0{,}0048 + 0{,}949 \cdot 0{,}204 = 0{,}198;$$

$$C_{Щ_h} = -0{,}00265 +1{,}0409C_{изм} -0{,}00265 + 1{,}0409 \cdot 0{,}204 = 0{,}210.$$

Таким образом, результат определения содержания щелочи находится в границах от 0,198 до 0,210%.

5.4. Пример определения содержания аммиака в промывочных растворах;

провести анализ (см. и, 4);

рассчитать содержание аммиака по формуле (2).

При a = 1,20 см^3, Э= 17, N = 0,1, V= 1см^3

$$C_{Ам_{изм}} = 0{,}204\%;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания аммиака (см. п. 5.2)

$$C_{Ам_l} = -0{,}0056 + 0{,}9777C_{изм} -0{,}0056 + 0{,}9777 \cdot 0{,}204 = 0{,}1939;$$

$$C_{Ам_h} = 0{,}0018 + 1{,}0328C_{изм} 0{,}0018+ 1{,}0328 \cdot 0{,}204 = 0{,}2125.$$

Таким образом, результат определения содержания аммиака находится в границах от 0,194 до 0,213%.

ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВОБОДНОГО КОМПЛЕКСОНА ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ЗНАЧЕНИЯХ *pH*

РД 34.37.305.11-97

Методика регламентирует порядок определения содержания свободного комплексона при различных значениях *pH* в промывочных растворах при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения содержания свободного комплексона при принятой доверительной вероятности и определяет способ их выражения.

Результаты определения содержания свободного комплексона используют для контроля за процессом приготовления реагента и расхода его в ходе химической очистки,

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля являются промывочные растворы комплексонов и композиций на их основе с лимонной, адипиновой или серной кислотами. Эти растворы применяются для химических очисток теплоэнергетического оборудования и котлов среднего, высокого и сверхкритического давления.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

При определении содержания свободного комплексона следует применять средства измерений, посуду, реактивы и растворы, перечень которых приведен в табл. 1-3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Метрологические характеристики	нтд
1.Весы лабораторные аналитические	ВЛР-200	0-200 г	Цена деления 0,00001 г	ГОСТ 24104-88
2. *pH*-метр	*pH*-121	-1+14	Основная абсолютная погрешность +0,04	—

Таблица 2

Посуда

Наименование	Тип	НТД
1. Колбы мерные	2-1000-2	ГОСТ 1770-74
2. Пипетки	2-2-10	ГОСТ 20292-84
3. Цилиндр измерительный вместимостью 50 $см^3$	—	ГОСТ 1770-84
4. Бюретка для титрования вместимостью 5 $см^3$	—	ГОСТ 20292-84
5, Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	—	ГОСТ 25336-82
6. Капельница для однократной дозировки	—	ГОСТ 25336-82

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная	_	ГОСТ 6709-72
2. Азотная кислота концентрированная (плотность 1,15)	х.ч.	ГОСТ 4461-77
3. Уксусная кислота концентрированная	х.ч.	ГОСТ 61-75
4. Соляная кислота концентрированная	х.ч.	ТУ 6-09-2540-72
5. Натрия гидроокись	ч.	ГОСТ 4328-77
6. Аммиак водный 25 %-ной концентрации	х.ч.	ГОСТ 3760-79

Продолжение таблицы 3

Наименование	Классификация	НТД
7. Уксусно-кислый натрий	ч.	ГОСТ 199-68
8. Хлористый аммоний	х.ч.	ГОСТ 3773-72
9. Висмут азотно-кислый 0,01 М концентрации (растворяют 4,851 г вещества в 50 $см^3$ азотной кислоты плотностью 1,15 с последующим доведением объема до 1 $дм^3$. Готовить перед началом работы).	—	ГОСТ 4110-62
10. Серно-кислая медь 0,02 М концентрации (растворяют 4,990 г вещества $CuSO_4 \times 5H_2O$ и доводят объем раствора до 1 $дм^3$)	—	ГОСТ 4165-78
11. Серно-кислый магний 0,01 М концентрации (растворяют 1,463 г $MgSO_4 \times 7H_2O$ и доводят объем до 1 $дм^3$)	—	ГОСТ 4523-77
12. Ацетатно-буферный раствор pH=3 (готовится смешением 225 $см^3$ 1Н уксусной кислоты с 50 $см^3$ 1Н $NaOH$ и с 40 $см^3$ 1Н соляной кислоты с последующим доведением объема до 500	—	—

$см^3$)		
13. Ацетатно-буферный раствор *pH* =4,8 (растворяют 136 г уксусно-кислого натрия в воде, промывают 60 $см^3$ концентрированной уксусной кислоты и доводят объем до 1 $дм^3$)	—	—
14. Аммиачно-буферный раствор *pH*= 10 (растворяют 20 г хлористого аммония в дистиллированной воде, добавляют 100 $см^3$ раствора аммиака 25 % ной концентрации и доводят объем до 1 $дм^3$)	—	—
15. Индикатор ксиленолово-оранжевый 0,1%-ной концентрации (0,1 г индикатора растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды)	ч.д.а.	МРТУ 6-09-2503-65

Окончание таблицы 3

Наименование	Классификация	НТД
16. Индикатор ПАН 0,1%-ной концентрации (0,1 г индикатора растворяют в 100 $см^3$ этилового спирта. Раствор устойчив в течение многих месяцев)	ч.д.а	МРТУ 6-09-1075-64
17. Индикатор кислотный хром темно-синий 0,5%-ной концентрации (растворяют 0,5 г индикатора в 20 $см^3$ аммиачно-буферного раствора и доводят до 100 $см^3$ этиловым спиртом	ч.д.а.	ГОСТ 14091-68, ТУ 7П-14-69
13. Спирт этиловый ректификационный технический	—	ГОСТ 18300-87

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод основан на образовании прочных, растворимых в воде комплексов висмута, меди и магния с этилендиаминтетрауксусой кислотой (ЭДТК) или ее динатриевой солью — трилоном Б и изменении цвета раствора в точке эквивалентности после связывания избытка титрующего агента с соответствующим металлоиндикатором (ксиленолово-оранжевым, ПАН или хром темно-синим). Анализ выполняется при том значении *pH*, которое имеет промывочный раствор.

Метод позволяет определить содержание свободного комплексона а промывочных растворах или при приготовлении реагентов от 0,05 до 10 $г/дм^5$.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подготовка к выполнению анализа.

Для определения концентрации свободного комплексона необходимо на *pH*-метре измерить значение *pH* промывочного раствора, от которого будет зависеть способ определения концентрации свободного комплексона.

Объем пробы для анализа промывочного раствора составляет 25-50 см^3, при приготовлении реагентов — 2-10 см^5.

4.2. Определение содержания свободного комплексона в зависимости от значения *pH* промывочного раствора.

4.2.1. Для растворов, имеющих значение *pH* от 2 до 3,5 аликвоту пробы отбирают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и доводят объем пробы до 100 см^3 дистиллированной водой, прибавляют 5 см^3 ацетатно-буферного раствора (*pH* = 3), 0,5 см^3 индикатора ксиленолового оранжевого и титруют 0,01 М раствором азотнокислого висмута до перехода окраски в точке эквивалентности от желто-коричневого (цвет свободного индикатора) к розовой (цвет соединения висмута с ксиленоловым оранжевым).

Титрование необходимо выполнять медленно при тщательном перемешивании.

Концентрацию свободного комплексона (г/дм^3) вычисляют по формуле

$$G_{ком} = \frac{a \cdot M \cdot M_t}{V}, \quad (1)$$

где a — объем азотно-кислого висмута, пошедшего на титрование, см^3;

M — молярность азотно-кислого висмута;

M_t — молекулярная масса трилона Б или ЭДТК, равная соответственно 372,1 и 290;

V —объем анализируемой пробы, см^3.

4.2.2. Для растворов, имеющих значение *pH* от 3,5 до 7,0 аликвоту пробы отбирают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и доводят объем пробы до 100 см^3 дистиллированной водой, прибавляют 5 см^3 ацетатно-буферного раствора (*pH* = 4,8), 4-5 капель индикатора ПАН и титруют 0,02 М раствором серно-кислой меди до перехода окраски в точке эквивалентности от желтой (цвет свободного индикатора) к красно-малиновой (цвет соединения меди с ПАН).

Концентрацию свободного комплексона вычисляют по формуле (1).

4.2.3. Для растворов, имеющих значение *pH* от 9 до 10 аликвоту пробы отбирают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и доводят объем пробы до 100 см^3 дистиллированной водой, прибавляют 5 см^3 аммиачно-буферного раствора (*pH* = 10), 5-7 капель индикатора хром темно-синего и титруют 0,01 М раствором серно-кислого магния до перехода окраски в точке эквивалентности от синей (цвет свободного индикатора) к красно-сиреневой (цвет соединения магния с хром темно-синим).

Концентрацию свободного комплексона вычисляют по формуле (1).

4.3. Определение концентрации комплексона при приготовлении реагентов.

Для определения концентрации комплексона из бака отбирают пробу, 1 см^3 которой помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Из разведенного в 100 раз раствора комплексона отбирают 1 или 5 $см^3$ (в зависимости от расчетной концентрации приготовленного в баке реагента) и определяют концентрацию комплексона по способу, указанному в п. 4.2.2.

Титрование осуществляют до перехода окраски в точке эквивалентности от *ярко-желтой (цвет свободного индикатора) через зеленую к розово-сиреневой* (цвет соединения меди с ПАН при определении больших концентраций реагентов).

Концентрацию комплексона вычисляют по формуле (1) с учетом разведения в 100 раз.

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВОБОДНОГО КОМПЛЕКСОНА

5.1. *В нормативно-технической документации не установлены нормы* погрешности определения содержания свободного комплексона в промывочных растворах.

Результаты определения содержания свободных комплексонов согласно МИ 1317-86 представляют в следующей форме:

$$C_l, C_h, P.$$

5.2. Результаты определения содержания свободного комплексона при различных значениях *pH* промывочных растворов с доверительной вероятностью $P = 0,9$ находятся по табл. 1.

Таблица 4

Диапазон измерений ЭДТК, $г/дм^3$	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), $г/дм^3$	Верхняя граница (наибольшее значение), $г/дм^3$
0,05-1,000 ($pH = 2 \div 3,5$)	$C_l = -0,0046 + 0,998C_{изм}$	$C_h = 0,0046 + 1,003C_{изм}$
0,05-1,000 ($pH = 3,5 \div 7$)	$C_l = -0,01 + 0,998C_{изм}$	$C_h = 0,0085 + 1,007C_{изм}$
0.05-1,000 ($pH = 9 \div 10$)	$C_l = -0,0016 + 0,99\ C_{изм}$	$C_h = 0,0007 + 1,018\ C_{изм}$
3,0-10,0	$C_l = 0,0238 + 0,987C_{изм}$	$C_h = 0,027 + 1,006C_{изм}$
Примечание. $C_{изм}$ — измеренное значение концентрации свободного комплексона.		

5.3. Пример определения содержания свободного комплексона в промывочных растворах при $pH = 9 \div 10$:

провести анализ (см. п. 4),

рассчитать содержание свободного комплексона по формуле (1).

При $a = 0,66\ см^3$, $M = 0,01$, $M_1 = 372,1$, $V = 50\ см^3$

$$G_{КОМ} = 0,049\ г/дм^3;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания свободного комплексона при $pH = 9 \div 10$ (см. табл. 4)

$C_l = -0,0016 + 0,99 \cdot 0,049 = 0,047$;

$C_h = 0,0007 + 1,018 \cdot 0,049 = 0,0506$.

Таким образом, результат определения содержания свободного комплексона находится в границах от 0,047 до 0,0506 $г/дм^3$.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ТИОМОЧЕВИНЫ ХЛОРАМИНОВЫМ МЕТОДОМ

РД34.37.305.12-97

Методика регламентирует порядок определения содержания тиомочевины хлораминовым методом при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения содержания тиомочевины при принятой доверительной вероятности и определяет способы их выражения.

Результаты определения содержания тиомочевины используют для контроля за процессом расхода ее входе химической очистки.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля являются промывочные растворы ингибированной соляной кислоты.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

При определении содержания тиомочевины следует применять средства измерений, посуду, вспомогательные устройства, растворы и реактивы, перечень которых приведен в табл. 1 -3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Метрологические характеристики	НТД
Весы лабораторные аналитические	ВЛР-200	0-200 г	Цена деления 0,00001 г	ГОСТ 24104-88

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1. Колбы мерные	2-1000-2	ГОСТ 1770-74
2. Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	—	ГОСТ 25336-82
3. Бюретки для титрования вместимостью 5 и 25 $см^3$	—	ГОСТ 29251-91
4. Пипетки	2-2-10	ГОСТ 29297-91

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная	—	ГОСТ 6709-72
2. Хлорамин Б 0,05 Н концентрации (растворить 10,68 г хлорамина Б в 400 $см^3$ теплой дистиллированной воды и довести объем до 1 $дм^3$)	ч.	МРТУ 6-09-3177-66
3. Серная кислота 2 Н раствор	х.ч.	ТУ 6-09-2540
4. Йодистый калий 5%-ной концентрации (растворить 50 г йодистого калия в 1 $дм^3$ дистиллированной воды)	ч.д.а	ГОСТ 4232-65
5. Крахмал растворимый 1%-ный раствор (растворить 1 г крахмала в 100 $см^3$ дистиллированной воды и довести до кипения)	—	ГОСТ 10163-62

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на титровании тиомочевины раствором хлорамина Б в серно-кислой среде в присутствии йодистого калия и крахмала. В серно-кислой среде из хлорамина Б выделяется свободная хлорноватистая кислота, которая вызывает окисление тиомочевины, При полном окислении тиомочевины хлорамином Б, когда избыточная капля хлорамина Б прореагирует с йодистым калием, в присутствии крахмала возникает устойчивое синее окрашивание, что указывает на окончание титрования.

Метод позволяет определять содержание тиомочевины в соляно-кислотных промывочных растворах в диапазоне концентраций от 0,5 до 8,0 г/$дм^3$.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Выполнение определения.

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ отбирают 1-5 $см^3$ исследуемого раствора (в зависимости от расчетной концентрации в контуре котла), добавляют до 100 $см^3$ дистиллированной воды, подкисляют раствор 1 $см^3$ 10 Н серной кислоты, тщательно перемешивают. Затем добавляют 1 $см^3$ 5%-ного раствора йодистого калия, 1 $см^3$ 1%-ного раствора крахмала и титруют 0,05 Н раствором хлорамина Б до появления устойчивого синего окрашивания.

4.2. Концентрацию тиомочевины (г/$дм^3$) рассчитывают по формуле

$$C_{H_2N_4} = \frac{a \cdot N \cdot Э}{V}, \quad (1)$$

где a — объем хлорамина Б, пошедший на титрование, $см^3$;

N — нормальность раствора хлорамина Б;

$Э$ — грамм-эквивалент тиомочевины, равный 76,1;

V — объем анализируемой пробы, $см^3$.

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ТИОМОЧЕВИНЫ

5.1. В нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности определения содержания тиомочевины в промывочных растворах.

Результаты согласно МИ 1-317-86 представляют в следующей форме:

$$C_l, C_h, P.$$

5.2. Результат определения содержания тиомочевины с доверительной вероятностью $P = 0,9$ находятся по табл. 4.

Таблица 4

Диапазон определяемых концентраций, г/дм^3	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), г/дм^3	Верхняя граница (наибольшее значение), г/дм^3
0,5-8,0	$C_l = -0,0617 + 0,994C_{изм}$	$C_h \approx 0,1174+1,0128C_{изм}$
Примечание. $C_{изм}$ — значение концентрации тиомочевины, определенное данным методом.		

5.3. Пример определения содержания тиомочевины в промывочных растворах:

провести анализ (см. п. 4);

рассчитать содержание тиомочевины по формуле (1).

При $a = 1,3$ см^3, $N = 0,05$, $Э = 76,1$, $V = 5$ см^2

$$C_T = 0,988 г/дм^3;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания тиомочевины по табл. 4.

$$C_l = -0,0617 + 0,994 \cdot 0,988 = 0,92;$$

$$C_l = 0,1174 + 1,0128 \cdot 0,988 = 1,12.$$

Таким образом, результат определения содержания тиомочевины находится в границах от 0,92 до 1,12 г/дм^3.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ГИДРАЗИНА ИОДОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

РД34.37.305.13-97

Методика регламентирует порядок определения концентрации гидразина йодометрическим методом в пассивирующих растворах после химических очисток теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения концентрации гидразина при принятой доверительной вероятности и определяет способы их выражения.

Результаты определения концентрации гидразина используют для контроля за процессом приготовления реагента и расходом его в ходе пассивации.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля, являются пассивирующие растворы после кислотной промывки оборудования, а также растворы из бака приготовления реагента.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

При определении концентрации гидразина следует применять средства измерений, посуду, вспомогательные устройства, растворы и реактивы, перечень которых приведен в табл. 1 -3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Метрологические характеристики	НТД
Весы лабораторные аналитические	ВЛР-200	0-200 г	Цена деления 0,00001 г	ГОСТ 24104-88

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1. Колбы мерные	2-1000-2	ГОСТ 1770-74
2. Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	—	ГОСТ 25336-82
3. Бюретки для титрования вместимостью 5 и 25 $см^3$	—	ГОСТ 29251-91
4. Пипетки	2-2-10	ГОСТ 29297-91
5. Капельница для однократной дозировки	—	ГОСТ 25336-82
6. Часовое стекло	—	—
7. Универсальная индикаторная бумага производства Чехии, Словакии или любая отечественная с теми же параметрами	—	ПНД 50-975-84

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная	—	ГОСТ 6709-72
2. Серноватистокислый натрий 0,1 Н раствор (готовится из фиксанала)	—	ТУ 6-09-2540-72
3. Йод 0,1 Н раствор (готовится из фиксанала)	—	ТУ 6-09-2540-72
4. Едкий натр 2 Н раствор	х.ч.	ГОСТ 4328-77
5. Серная кислота 2 Н раствор	х.ч.	ТУ 6-09-2540
6. Крахмал растворимый 1%-ный раствор (растворяют 1 г крахмала в небольшом количестве воды, добавляют кипящей дистиллированной воды до объема 100 $см^3$ и кипятят, помешивая а течение 1-2 мин)	—	—
7. Бикарбонат натрия кристаллический	ч.	—

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Сущность метода заключается в том, что в нейтральной и щелочной среде йод реагирует с гидразином по реакции

$$N_2H_4 + 2I_2 = 4HI + N_2$$

Для определения концентрации гидразина в щелочных и нейтральных растворах применяют метод прямого титрования раствором йода.

Определению концентрации гидразина в анализируемых растворах мешает присутствие ионов железа (II) и (III), которое устраняется связыванием их в гидрооксиды при добавлении раствора аммиака.

Метод позволяет определять концентрацию гидразина в диапазоне от 0,05 до 2,0 $г/см^3$,

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Концентрацию гидразина определяют методом прямого титрования.

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ отбирают 1 -5 $см^3$ анализируемого раствора, добавляют до 100 $см^3$ дистиллированной воды, определяют значение *pH* раствора (по универсальной индикаторной бумаге) и доводят значение *pH* до 6-7 (раствором серной кислоты или едкого натра).

В пробу вводят 0,3-0,5 г бикарбоната натрия, 1 $см^3$ 1%-ного раствора крахмала и титруют 0,1 Н раствором йода до появления не-исчезающей синей окраски.

4.2. Концентрацию гидразина ($г/дм^3$) рассчитывают по формуле

$$C_{N_2H_4} = \frac{a \cdot N \cdot 8}{V}, \quad (1)$$

где *a* — объем 0,1

H раствора йода, пошедший на титрование, $см^3$;

N — нормальность раствора йода;

8 — грамм-эквивалент гидразина в данной реакции;

V — объем анализируемой пробы, $см^3$.

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ГИДРАЗИНА

5.1. В нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности определения содержания гидразина в пассивирующих растворах после химических очисток теплоэнергетического оборудования.

Результаты согласно МИ 1317-86 представляются в следующей форме

$$C_l, C_h, P.$$

5.2. Результат определения содержания гидразина с доверительной вероятностью $P = 0,9$ находят по табл. 4.

Таблица 4

Диапазон определяемых концентраций, г/дм^3	Результаты определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), г/дм^3	Верхняя граница (наибольшее значение), г/дм^3
0,05-2,0	$C_l = 0,0031+0,94375C_{изм}$	$C_h = 0,00007 + 1,0933C_{изм}$
Примечание. $C_{изм}$ — значение концентрации гидразина, определяемое данным методом.		

5.3. Пример определения содержания гидразина: провести анализ (см. п. 4); рассчитать содержание гидразина по формуле (1). При $a = 3,25$ см^3, $N = 0,1$ и $V = 5$ см^3

$$C_{H_2N_4} = 0,52 г/дм^3$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания гидразина по табл. 4.

$$C_{H_2N_4 l} = 0,0031 + 0,94375 \cdot 0,52 = 0,49;$$

$$C_{H_2N_4 h} = 0,00007 + 1,0933 \cdot 0,52 = 0,57.$$

Таким образом, результат определения содержания гидразина находится в границах от 0,49 до 0,57 г/дм^3.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА

РД34.37.303.14-97

Методика регламентирует порядок определения содержания формальдегида в промывочных растворах при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных характеристик погрешности определения содержания формальдегида при принятой доверительной вероятности и определяет способы их выражения.

Результаты определения содержания формальдегида используют для контроля за содержанием ингибиторов в промывочных растворах при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля являются промывочные растворы ингибированных минеральных кислот.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

При определении содержания формальдегида следует применять средства измерений, посуду, вспомогательные устройства, растворы и реактивы, перечень которых приведен в табл. 1 -3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Метрологические характеристики	НТД
Бесы лабораторные аналитические	ВЛР-200	0-200 г	Цена деления 0,00001 г	ГОСТ 24104-88

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1.Колбы мерные	2-1000-2	ГОСТ 1770-74
2. Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	—	ГОСТ 25336-82
3. Бюретки для титрования вместимостью 5 и 25 $см^3$	_	ГОСТ 29251-91
4. Пипетки на 1 и 10 $см^3$	2-2-10	ГОСТ 29297-91
5. Капельница для однократной дозировки	—	ГОСТ 25336-82
6. Песочные часы на 2 мин	—	—
7. Универсальная индикаторная бумага производства Чехии, Словакии или любая отечественная с теми же параметрами	—	ПНД 50-975-84

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная	—	ГОСТ 6709-72
2. Двууглекислый натрий (насыщенный раствор)	х.ч.	ГОСТ 83-63
3. Углекислый натрий (насыщенный раствор)	х.ч.	ГОСТ 83-63
4. Сернисто-кислый натрий безводный (сульфит натрия) 1 М раствор (растворяют 126 г реактива в 1 $дм^3$ воды)	ч.д.а	ГОСТ 195-77
5. Индикатор метиловый красный, 1%-ный спиртовой раствор (растворяют 1 г индикатора в 100 $см^3$ спирта)	—	—
6. Раствор йода 0,1 Н концентрации (готовится из фиксанала)	ч.д.а.	ГОСТ 4159-64
7. Соляная кислота концентрированная (плотность 1,19)	х.ч.	ТУ 6-09-2540-72
8. Крахмал водорастворимый 0,5%-ный раствор (растворяют 0,5 г крахмала в небольшом количестве воды и доводят объем до 100 $см^3$ кипящей водой)	—	ГОСТ 10163-62
9. Спирт этиловый ректификационный технический	—	ГОСТ 18300-87

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

При окислении некоторых ингибиторов (уротропин, ПБ-5) в процессе химических очисток ингибированной соляной кислотой образуется формальдегид.

Метод определения содержания формальдегида основан на связывании его с сульфитом натрия в щелочной среде и оттитровывании сульфита натрия, освободившегося по ходу реакции в количестве, эквивалентном формальдегиду раствором йода,

При определений содержания формальдегида в пробу исследуемого раствора добавляется избыток сульфита натрия, количество которого не должно быть меньше 0,5 мг-экв на 2,5 мг экв. формальдегида в пробе, не вступивший в реакцию сульфит оттитровывается йодом в слабокислой среде. Затем после подщелачивания исследуемого раствора карбонатом натрия до значения pH= 9 освободившийся (в количестве, эквивалентном количеству формальдегида) сульфит натрия оттитровывается йодом.

Диапазон определяемых концентраций.

Метод позволяет определить содержание формальдегида в промывочных растворах в диапазоне от 0,5 до 1%.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Выполнение определения,

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отбирают 1 см^3 исследуемого раствора, добавляют 5 см^3 насыщенного раствора бикарбоната натрия и 0,5-1,0 см^3 1 М раствора сульфита натрия (в зависимости от количества формальдегида). Смесь выдерживают 5 мин (для полноты присоединения сульфита), затем вводят 1 -2 капли 0,1 %-ного раствора индикатора метилового красного и подкисляют концентрированной соляной кислотой при интенсивном перемешивании до появления красной окраски. К подкисленному раствору добавляют 1 см^3 0,5%-ного раствора крахмала и оттитровывают избыток сульфита 0,1 Н раствором йода До появления синей окраски. Затем добавляют 5 см^3 насыщенного раствора карбоната натрия (pH = 9), выдерживают 5 мин, синяя окраска при этом исчезает, а освободившееся количество сульфита, эквивалентное формальдегиду, оттитровывают 0,1 Н раствором йода до неисчезающей синей окраски. Титрование производят медленно, тщательно перемешивая пробу, так как реакция, в результате которой идет освобождение сульфита натрия, протекает во времени.

4.2. Содержание формальдегида (%) вычисляют по формуле

$$C_{форм} = \frac{a \cdot 1,5013 \cdot 100}{V \cdot 1000}, \quad (1)$$

где a — объем 0,1 Н раствора йода, пошедший на титрование, см^3;

1,5013 — мг (формальдегида соответствует 1 см^3 0,1 Н раствора йода);

V— объем анализируемой пробы, см^3.

5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА

5.1. Б нормативно-технической документации не установлены нормы погрешности определения содержания формальдегида в промывочных растворах.

Результаты согласно МИ 1317-86 представляют в следующей форме:

$$C_l, C_h, P.$$

5.2. Результат определения содержания формальдегида с доверительной вероятностью P = 0,9 находится по табл. 4.

Таблица 4

Диапазон определяемых концентраций, %	Результат определения	
	Нижняя граница (наименьшее значение), %	Верхняя граница (наибольшее значение), %
0,5-1,0	$C_l = 0,0033 + 0,9701C_{изм}$	$C_h = 0,0159+1,0164C_{изм}$
Примечание. $C_{изм}$ — значение концентрации формальдегида, определенное данным методом.		

5.3. Пример определения содержания формальдегида в промывочных растворах:

провести анализ (см. п. 4);

рассчитать содержание формальдегида по формуле (1).

При $a = 4,75$ см^3, $V = 1$ см^3

$$C_{ф} = 0,71\%;$$

определить нижнюю и верхнюю границы содержания формальдегида по табл. 4.

$$C_{н} = 0,0033 + 0,9701 \cdot 0,71 = 0,69;$$

$$C_{в} = 0,0159 + 1,0164 \cdot 0,71 = 0,74.$$

Таким образом, результат определения содержания формальдегида находится в границах от 0,69 до 0,74%.

Методика регламентирует порядок определения присутствия каптакса при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных данных о присутствии каптакса при химических очистках.

Результаты определения каптакса используют для контроля за его присутствием или отсутствием в промывочных растворах при химических очистках.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля могут служить промывочные растворы комплексонов, а также серной кислоты, ингибированные каптаксом.

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

При определении присутствия или отсутствия каптакса следует применять средства измерений, посуду, вспомогательные устройства, растворы и реактивы, перечень которых приведен в табл. 1-3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Метрологические характеристики	НТД
Весы лабораторные аналитические	ВЛР-200	0-200 г	Цена деления 0,00001 г	ГОСТ 24104-88

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1. Колба коническая вместимостью 250 $см^3$	—	—
2. Пробирка	—	—
3. Цилиндр измерительный вместимостью 50 $см^3$	—	ГОСТ 1770-84
4. Пипетка	2-2-10	ГОСТ 20292-84
5. Воронка	—	—
6. Фильтр бумажный (красная или белая лента)	—	—
7. Груша резиновая	—	—
8. Универсальная индикаторная бумага производства Чехии, Словакии или любая отечественная с теми же параметрами.	—	ПНД 50-975-84

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Хлорид меди	ч.	ГОСТ 4164-61
2. Хлорид аммония	х.ч.	ГОСТ 3773-72
3. Аммиак концентрированный	х.ч.	ГОСТ 3760-79
4. Уксусная кислота 20%-ной концентрации	х.ч.	ГОСТ 61-75
5. Гидроксиламин гидрохлорид 20%-ный раствор (20 г реактива растворяют в 100 $м^3$ дистиллированной воды)	—	—
6. Нитропруссид натрия	ч.	ГОСТ 4218-48
7. Бикарбонат натрия кристаллический	ч.	ГОСТ 4201-66

Окончание таблицы 3

Наименование	Классификация	НТД
8. Бромистый калий 0,1 Н концентрации (фиксанал)	—	МРТУ 6-09-1678-64
9. Нитрит натрия кристаллический	ч.	ГОСТ 4197-66
10. Вода дистиллированная	—	ГОСТ 6709-72
12. Спирт этиловый ректификационный технический	—	ГОСТ 18300-87

3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Качественное определение каптакса возможно выполнить тремя различными методами.

3.1. Определение каптакса с хлоридом меди.

Качественное определение каптакса основано на том, что при обработке анализируемого раствора раствором соли меди, в присутствии каптакса образуется осадок желтого цвета по реакции:

$$Cu^{2+} + 2RS^{-} \rightarrow \underset{\downarrow}{6Cu_2(RS)_2}$$

Приготовление раствора соли меди:

а) 1,5 г хлорида меди и 3 г хлорида аммония растворяют в 20 см^3 дистиллированной воды, добавляют 3 см^3 концентрированного аммиака и разбавляют водой до 50 см^3;

б) 20 г гидроксиламина гидрохлорида растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды.

Растворы "а" и "б" смешивают в равных объемах. В пробирку приливают 1 см^3 анализируемого раствора (аммиачного или уксусно-кислого) и добавляют 1 см^3 раствора соли меди. В присутствии каптакса не менее 0,2 г/дм^3 в анализируемом растворе выпадает осадок желтого цвета.

3.2. Определение каптакса с нитропуссидом натрия

Качественное определение каптакса основано на реакции его с нитропуссидом натрия. При наличии в промывочном растворе каптакса не менее 0,2 г/дм^3 и избытка двууглекислого натрия возникает интенсивное зеленое окрашивание.

Приготовление реактива: 0,5 г нитропуссида натрия растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды в измерительном цилиндре вместимостью 50 см^3, затем прибавляют 0,5 г гидроксиламина и 1г бикарбоната натрия. В ходе реакции происходит выделение газа. По окончании его выделения в раствор прибавляют 2 капли бромистого калия, избыток которого удаляют с помощью нагнетания воздуха из резиновой груши. Полученный раствор фильтруют через фильтр (белая лента) и разбавляют водой до 25 см^3.

В пробирку приливают 1 см^3 анализируемого раствора и 1 см^3 реактива. Появление интенсивно зеленой окраски указывает на присутствие каптакса.

3.3. Определение каптакса с азотистой кислотой

Качественное определение каптакса основано на реакции его с азотистой кислотой в момент ее получения. Появление красного окрашивания указывает на. присутствие каптакса в анализируемом растворе не менее 0,2 г/дм^3.

В пробирку приливают 1 см^3 анализируемого раствора, 0,3 см^3 этилового спирта, несколько капель ледяной уксусной кислоты и 1 см^3 20%-ного раствора нитрита натрия. При наличии в анализируемом растворе каптакса возникает красное окрашивание раствора.

КАЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИСУТСТВИЯ КАТАПИНА В ПРОМЫВОЧНЫХ РАСТВОРАХ

РД34.37.305.16-97

Методика регламентирует порядок определения присутствия катапина при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Методика обеспечивает получение достоверных данных о присутствии катапина в промывочных растворах при химических очистках теплоэнергетического оборудования.

Результаты определения катапина используют для контроля за наличием его в промывочных растворах при химических очистках.

1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ

Объектом контроля могут служить промывочные растворы трилона Б с минеральными или органическими кислотами,

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

При определении присутствия или отсутствия катапина следует применять средства измерений, посуду, вспомогательные устройства, растворы и реактивы, перечень которых приведен в табл. 1-3.

Таблица 1

Средства измерений

Наименование	Тип	Диапазон измерений	Метрологические характеристики	НТД
1, Весы лабораторные аналитические	ВЛР-200	0-200 г	Цена деления 0,00001 г	ГОСТ 24104-88
2. *pH*-метр	*pH-121*	–1÷14	Основная абсолютная погрешность ±0,04	

Таблица 2

Посуда и вспомогательные устройства

Наименование	Тип	НТД
1. Цилиндр измерительный вместимостью 10 $см^3$	—	ГОСТ 1770-84
2. Пипетка	2-2-10	ГОСТ 20292-84
3. Капельница для однократной дозировки	—	ГОСТ 25336-82
4. Универсальная индикаторная бумага производства Чехии, Словакии или любая отечественная с теми же параметрами	—	ПНД 50-975-84

Таблица 3

Растворы и реактивы

Наименование	Классификация	НТД
1. Вода дистиллированная	—	ГОСТ 6709-72
2. Водный раствор аммиака в отношении 1:1	—	—
3. Индикатор бромкрезоловый пурпурный 0,1%-ный водный раствор (растворяют 0,1 г индикатора в 100 см дистиллированной воды)	ч.д.а.	МРТУ 6-09-1573-64

3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Качественное определение катапина основано на цветной реакции катапина с индикатором бромкрезоловым пурпурным. На присутствие Каталина указывает голубое окрашивание исследуемого раствора после добавления индикатора, на отсутствие — фиолетовое окрашивание.

Присутствие каптакса в исследуемом растворе мешает проведению качественной реакции на катании, в этом случае катапин данной реакцией не обнаруживается.

Качественной реакцией обнаруживают присутствие катапина при его содержании:

— от 0,01 до 0,1 г/дм^3 в водных растворах;

— не менее 0,1 г/дм^3 в промывочных растворах.

4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подготовка пробы.

В анализируемой пробе проверяют значение *pH* на *pH*-метре и доводят его до *pH* = *8*-9 раствором аммиака. Контроль за *pH* ведут по универсальной индикаторной бумаге.

4.2. Выполнение определения.

В цилиндр вместимостью 10 см^3 отбирают пипеткой 5 см^3 подготовленной пробы, добавляют 1 каплю 0,1 %-ного водного раствора бромкреолового пурпурного и тщательно перемешивают. Голубой цвет раствора указывает на присутствие катапина, фиолетовый цвет раствора указывает на его отсутствие или содержание менее 0,1 г/дм^3 катапина.

Оглавление

I.ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ 3

II. МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ
ОСНОВНЫХ КОМПОНЕНТОВ ПРОМЫВОЧНЫХ РАСТВОРОВ 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВЗВЕШЕННЫХ ВЕЩЕСТВ
ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В ПРОМЫВОЧНЫХ РАСТВОРАХ
РД 34.37.305.1-97 4
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА И ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ
УСТРОЙСТВА 4
3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ 5
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 5
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРОСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВЗВЕШЕННЫХ ВЕЩЕСТВ 6

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ
МЕТОДОМ В ПРОМЫВОЧНЫХ РАСТВОРАХ РД 34.37.305.2-97 7
1.СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 7
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 7
3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ 8
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 8
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ
РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА 9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ
МЕТОДОМ В ПРОМЫВОЧНЫХ РАСТВОРАХ РД 34.37.305.3-97 11
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 11
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ
УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 11
3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ 12
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 13
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ
РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ 14

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ
МЕТОДОМ В ПРОМЫШЛЕННЫХ РАСТВОРАХ РД 34.37.305.4-97 16
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 16
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА,
ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕУСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 16
3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ 17
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 18
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ
РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА 19

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СУММЫ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ В ПРИСУТСТВИИ ЖЕЛЕЗА И МЕДИ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИНДИКАТОРОМ КИСЛОТНЫМ ХРОМ ТЕМНО-СИНИМ РД 34.37.305.5-97 20
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 20
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕУСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 20
3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ 22
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 22
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕНЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУММЫ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ 23

ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУММЫ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ В ПРИСУТСТВИИ ЖЕЛЕЗА И МЕДИ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИНДИКАТОРОМ ПАН РД.34.37.305.6-97 24
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 24
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ 24
3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ 26
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 26
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУММЫ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ 27

РАЗДЕЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЙ В ПРИСУТСТВИИ ЖЕЛЕЗА И МЕДИ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ИНДИКАТОРОМ КИСЛОТНЫМ ХРОМ ТЕМНО-СИНИМ РД 34.37.305.7-97 28
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 28
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕУСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 28
3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ 30
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 30
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ РАЗДЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ 31

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ РД 34,37.305.8-97 33
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 33
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕУСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 33
3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ 34
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 34
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ ... 35

III. МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ РЕАКТИВОВ И НЕКОТОРЫХ ИНГИБИТОРОВ 36

ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ КИСЛОТ АЦИДИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ РД34.37.305.9-97 36
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 36
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 36
3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ 37
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 38
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КИСЛОТ АЦИДИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ 38

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ЩЕЛОЧИ 40
И АММИАКА АЦИДИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ РД 34.37.305.10-97 40
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 40
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 40
3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ 41
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 41
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЩЕЛОЧИ И АММИАКА 42

ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВОБОДНОГО КОМПЛЕКСОНА ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ЗНАЧЕНИЯХ *pH* РД 34.37.305.11-97 43
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 43
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ 43
3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ 45
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 46
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВОБОДНОГО КОМПЛЕКСОНА 47

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ТИОМОЧЕВИНЫ ХЛОРАМИНОВЫМ МЕТОДОМ РД34.37.305.12-97 48
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 48
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 48
3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ 49
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 49
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ ТИОМОЧЕВИНЫ 50

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ГИДРАЗИНА ИОДОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ РД 34.37.305.13-97 51
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 51
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 51
3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ 52
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 52
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ГИДРАЗИНА 53

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА РД 34.37.303.14-97 54
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 54
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 54
3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ 55
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 56
5. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ. ФОРМЫ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА 56

КАЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИСУТСТВИЯ КАПТАКСА РД 34.37.305.15-97 58
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 58
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 58
3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ 60

КАЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИСУТСТВИЯ КАТАПИНА В ПРОМЫВОЧНЫХ РАСТВОРАХ РД 34.37.305.16-97 61
1. СВЕДЕНИЯ ОБ ОБЪЕКТЕ КОНТРОЛЯ 61
2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ 61
3. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ 62
4. ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 62

gost.e-ecolog.ru