ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ И КОТЕЛЬНЫХ

ОТРАСЛЕВЫЕ СТАНДАРТЫ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА

Определение взвешенных веществ, сухого и прокаленного остатка, цинка, хлоридов, нитритов, нефтепродуктов

ОСТ 34-70-953.13—90 ÷ ОСТ 34-70-953.18—90

Издание официальное

Москва 1993

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.182.1:546 Л 09

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.

ОСТ 34-70-953.18—90

Методы определения нефтепродуктов

ОКСТУ 0109

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает методы определения нефтепродуктов в питательной воде паровых котлов, в конденсатах, возвращаемых от потребителей пара, а также в теплофикационных водах.

Методы могут быть использованы при анализе производственных вод атомных электростанций.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб по ОСТ 34-70-953.1—88.

При отборе проб воды для определения содержания нефтепродуктов необходимо учитывать их способность адсорбироваться стенками сосуда, а также всплывать при значительном содержании или переходить частично в осадок. Пробу следует отбирать в чистую склянку по возможности освобожденную от остатков дистиллированной воды, использованной при промывании склянки.

Организовав ровное, без толчков течение воды из пробоотборного отверстия, сразу же отбирают некоторое количество этой протекающей воды в склянку. При этом ополаскивать склянку отбираемой водой, а также отливать часть попавшей в склянку воды ни в коем случае не следует. Всю порцию воды, поступившую в склянку, используют для определения. Так как для расчета необходимо знать объем отобранной порции воды, то этот объем можно измерить после проведения экстрации или отметить на наружной стенке склянки уровень отобранной пробы и впоследствии измерить этот объем мерным цилиндром. Количество отбираемой воды надо сообразовывать с ожидаемым содержанием нефтепродуктов.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотоколориметр типа КФК-2 или аналогичного типа с набором кювет, толщиной поглощающего свет слоя до 100 мм и набором светофильтров или спектрофотометр;

весы лабораторные общего назначения II класса точности и наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88;

воронки стеклянные диаметром от 40 до 150 мм по ГОСТ 25336—82;

стаканы химические вместимостью от 50 до 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

шкаф сушильный с регулируемой температурой в пределах от 50 до 160 °С;

воронки делительные вместимостью 300, 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

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

колбы мерные вместимостью от 50 до 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82;

цилиндры измерительные вместимостью 50, 100, 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

штативы для фильтрования и для бюреток с лапками и зажимами;

алюминия оксид для хроматографии по ТУ 6-09-3428—78;

кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204—77;

баня водяная;

вата стеклянная;

углерод четыреххлористый х.ч. по ГОСТ 20288—74;

гексан х.ч. по ТУ 6-09-4521—77.

3. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. *Сущность метода* состоит в образовании окрашенной в коричнево-бурый цвет жидкости, полученной при взаимодействии примесей нефтепродуктов с серной кислотой.

Чувствительность метода — 0,05 мг нефтепродуктов в пробе.

3.2. *Приготовление основного и стандартного растворов*

3.2.1. Основной раствор концентрации 10 г/кг нефтепродуктов. Если известно, какими нефтепродуктами могут загрязняться анализируемые воды, то отвесив 1 г этих нефтепродуктов в сухую мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в четыреххлористом углероде или гексане (экстрагент), доводят объем раствора этим же растворителем до метки и хорошо перемешивают. Приготовленный раствор устойчив при его хранении в хорошо закупоренной колбе.

3.2.2. Стандартный раствор концентрации 0,1 г/кг нефтепродуктов. В мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ отмеривают пипеткой 2,5 $см^3$ основного раствора, доливают принятым экстрагентом до метки и хорошо перемешивают. Раствор устойчив при хранении его в хорошо закупоренной колбе.

3.2.3. Если неизвестно, какими нефтепродуктами могут загрязняться анализируемые воды, отбирают такое количество этой воды, чтобы получить не менее 10 мг нефтепродуктов.

Все отобранное количество воды дважды обрабатывают экстрагентом. В делительную воронку вместимостью 1000 $см^3$ вливают 700—800 $см^3$ отобранной воды и 50 $см^3$ четыреххлористого углерода или гексана. Хорошо взбалтывают, дают расслоиться и сливают нижний слой при использовании CCl_4 и верхний слой при использовании гексана в запасную емкость, а воду — в другую делительную воронку такой же вместимостью. В ней повторяют экстракцию, используя уже 20 $см^3$ экстрагента. После этого воду отбрасывают и проводят такую же операцию со следующей порцией отобранной воды, пока не обработают все ее количество. Все экстракты сливают во взвешенный и предварительно высушенный стакан вместимостью 40—50 $см^3$, удаляют экстрагент испарением на водяной бане, остаток высушивают в сушильном шкафу при 60—70 °С и взвешивают. После взвешивания все количество нефтепродуктов растворяют в мерной колбе вместимостью 250 $см^3$ в принятом растворителе, тщательно перемешивают и пользуются в качестве стандартного раствора. Концентрация этого стандартного раствора определяется массой выделенных нефтепродуктов.

3.3. *Построение градуировочного графика*

В шесть сухих стаканов вместимостью 100 $см^3$ помещают 1, 2, 5, 7, 10 и 15 $см^3$ стандартного раствора нефтепродуктов. На кипящей водяной бане выпаривают экстрагент, т.е. четыреххлористый углерод или гексан до исчезновения их запаха, затем в каждый стакан вливают по 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты, тщательно обмывают ею стенки стакана, куда могли попасть капли раствора, и ставят стаканы на 5 мин в кипящую водяную баню. После этого дают жидкостям охладиться до комнатной температуры и определяют оптическую плотность (А) окрашенных растворов на фотоколориметре при светофильтрах областью светопропускания 440 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. Сравнение проводят относительно 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты, прогретой на водяной бане. По полученным точкам строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание нефтепродуктов в каждом стакане, а по оси ординат — соответствующие им величины оптической плотности. Если стандартный

раствор приготовлен из навески извлеченных нефтепродуктов, то учитывают истинную их концентрацию в нем. По методу наименьших квадратов (по ОСТ 34-70-959.3—88) строят прямую, которой пользуются для вычисления результатов определений. Выполняют не менее 3 параллельных определений для каждой концентрации. Допускается вычисление результатов с помощью множителя (К), определяемого по формуле

$$K=\frac{m}{A},$$

где m — масса нефтепродуктов в пробе, мг; А — среднее значение оптической плотности, соответствующее этой массе.

3.4. *Проведение анализа*

Отобранный по п.1 объем анализируемой воды помещают в делительную воронку, дважды обмывают стенки сосуда, в который была отобрана проба, экстрагентом, т.е. четыреххлористым углеродом или гексаном, используя их по 10—15 $см^3$ и сливая в ту же воронку. Затем, закрыв воронку пробкой, сильно взбалтывают ее содержимое, выпуская излишки воздуха через кран, перевернув воронку краном кверху. Взбалтывание проводят в течение 2—3 мин, после чего ставят воронку в штатив и дают жидкости полностью расслоиться. При этом четыреххлористый углерод с растворенными нефтепродуктами собирается в нижней части воронки, а гексановый раствор нефтепродуктов всплывает наверх.

Нижний слой четыреххлористого углерода или верхний слой гексана осторожно сливают на сухой бумажный фильтр, полученный фильтрат собирают в чистый сухой стакан, промывают фильтр четыреххлористым углеродом или гексаном (5—10 $см^3$), собирая промывные растворы в тот же стакан. Для устранения влияния органических примесей, способных растворяться в четыреххлористом углероде или гексане, может быть применено фильтрование экстракта через слой (7—10 см) сорбента (активированной окиси алюминия), загруженного в стеклянную трубку длиной 10 см диаметром 1 см с впаянной в нее дырчатой стеклянной пластинкой. Верхний конец трубки расширен в виде воронки, а нижний оттянут до диаметра 1 мм. В трубку на стеклянную пластинку помещают слой стеклянной ваты толщиной 1 см, а сверх него насыпают сорбент толщиной 3—5 см. Поверх сорбента укладывают еще один слой стеклянной ваты. Сорбент — активированную окись алюминия — прокаливают при 800 °С в течение 3—4 ч, а стеклянную вату прогревают при 250—300 °С в течение 2—3 ч. Собранная трубка, т.е. колонка для фильтрования, должна быть промыта экстрагентом.

Фильтрование через колонку экстракта, полученного извлечением из воды нефтепродуктов, проводят со скоростью 0,5—1,0 $см^3$ в мин, на фильтрование всей порции экстракта расходуется обычно не более 20 мин. Фильтрат собирают в чистый сухой стакан; в него же собирают и промывную жидкость, т.е. 5—10 $см^3$ экстрагента, пропускаемые через сорбент после окончания фильтрования экстракта. После удаления этих примесей к оставшимся в стакане нефтепродуктам приливают 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты и в течение 5 мин нагревают жидкость на кипящей водяной бане. При этом стремятся смочить серной кислотой все части внутренней поверхности стакана, куда могли попасть капли экстракта.

Жидкости дают остыть до комнатной температуры и определяют оптическую плотность ее (A_x) на фотоколориметре со светофильтром областью светопропускания 440 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты, также подвергнутой нагреванию и последующему охлаждению.

3.5. *Обработка результатов*

По градуировочному графику находят массу нефтепродуктов в анализируемой пробе. Полученную оптическую плотность находят по оси ординат и по ней массу нефтепродуктов (m) в пробе.

Концентрацию нефтепродуктов (C), в миллиграммах на килограмм, вычисляют по формуле

$$(C)=\frac{m}{V}\cdot 10^3,$$

где V — объем воды, использованный для определения, $см^3$; m — масса нефтепродуктов, найденная по градуировочному графику, мг; или по формуле $m=к\cdot A_x$ по п.3.3.

Суммарная погрешность результата определения нефтепродуктов колориметрическим методом с доверительной вероятностью (P=0,95) указана в табл.1.

Таблица 1

Масса нефтепродуктов в пробе, мг	0,05	0,07	0,10	0,20	0,50	1,00
Суммарная погрешность, %	±15	±10	±7	±5	±2	±1

4. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. *Сущность метода* состоит в извлечении нефтепродуктов экстрагентом, который затем удаляют испарением, остаток сушат и взвешивают. Чувствительность метода 1 мг в пробе.

4.2. *Проведение анализа*

Весь объем отобранной пробы переливают в делительную воронку соответствующей вместимости, споласкивают дважды сосуд, в который была отобрана проба, экстрагентом, используя каждый раз 10—15 $см^3$ его и сливая эти порции в ту же делительную воронку. Затем сильно встряхивают содержимое делительной воронки 2—3 мин, выпуская воздух через кран при перевернутой воронке краном вверх. Закончив взбалтывание, ставят воронку в штатив и дают жидкости расслоиться, экстракт осторожно сливают на сухой беззольный фильтр, собирая фильтрат в чистый сухой взвешенный бюкс.

Фильтр промывают чистым экстрагентом, используя его 10—15 $см^3$ и собирая промывную жидкость в тот же бюкс. Затем ставят бюкс с экстрактом на кипящую водяную баню и выпаривают экстрагент. Бюкс с нефтепродуктами выдерживают в сушильном шкафу при 60—70 °С в течение 2 ч, после чего охлаждают его с открытой крышкой в эксикаторе над прокаленным хлористым кальцием и, закрыв его крышкой, взвешивают.

4.3. *Обработка результатов*

Концентрацию нефтепродуктов (С), в миллиграммах на килограмм, вычисляют по формуле

$$(C)=\frac{m}{V}\cdot 10^3,$$

где V — объем пробы, использованный для определения, $см^3$;
m — масса высушенного осадка, мг.

Суммарные погрешности результата определения нефтепродуктов гравиметрическим методом с доверительной вероятностью (P=0,95) указаны в табл.2.

Таблица 2

Масса нефтепродуктов в пробе, мг	1	2	5	10	20
Суммарная погрешность, %	±40—50	±20—30	±10—15	±5—7	±2—3

5. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Анализы с применением экстрагентов необходимо выполнять в вытяжном шкафу. При оперировании гексаном нельзя пользоваться включенными нагревательными плитками с открытой спиралью.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ Министерства энергетики и электрификации СССР от 02.10.90 № 164а

2. ИСПОЛНИТЕЛИ **Ю.М.Кострикин,** докт.техн.наук; **Н.М.Калинина; О.М.Штерн; С.Ю.Петрова; В.В.Шведова; Г.К.Корицкий; Л.Н.Федешева** (ВТИ им. Ф.Э.Дзержинского).

3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН в Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 8434322 от 01.04.91

4. Срок первой проверки — 1996 г., периодичность проверки — 5 лет.

5. ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М.: СПО Союзтехэнерго, 1979) в части определения нефтепродуктов (раздел 31)

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначения НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисление приложений
ГОСТ 1770—77	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 20288—74	2
ГОСТ 23932—78	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ОСТ 34-70-953.1—88	1
ОСТ 34-70-953.3—88	3.3
ТУ 6-09-1678—77	2
ТУ 6-09-3428—74	2
ТУ 6-09-4521—77	2

© ВТИ им. Ф.Э.Дзержинского

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ
ОСТ 34-70-953.18—90

Номер изменения	Номер листа (страницы)				Номер документа	Подпись	Дата	Срок введения изменений
	измененного	замененного	нового	аннулированного				

СОДЕРЖАНИЕ

1.ОСТ 34-70-953.13—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения взвешенных веществ	1
2.ОСТ 34-70-953.14—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения сухого и прокаленного остатка	8
3.ОСТ 34-70-953.15—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения цинка .	14
4.ОСТ 34-70-953.16—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения хлоридов	20
5.ОСТ 34-70-953.17—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения нитритов	29
6.ОСТ 34-70-953.18—90	Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения нефтепродуктов	36

Технический редактор *И.Р.Шанто*
Корректор *Н.Н.Клюева*

Подписано в печать 2.04.91. Формат 60×90¹/₁₆. Печать офсетная.
Усл.печ.л. 3,0. Тираж 1120 экз. Заказ № 119.

ПМБ ВТИ им. Ф.Э. Дзержинского.
109280, Москва, ул. Автозаводская, 14/23

УТВЕРЖДАЮ
Первый Вице-президент
РАО "ЕЭС России"
В.В.Кудрявый
"26" 03 1996 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № I ССТ 34-70-953.18-90. Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения нефтепродуктов

Дата введения 01.07.96

Вводная часть. Первый абзац, после слов "...от потребителей пара, в теплофикационных водах" дополнить словами "а также в природной воде".

Пункт 2. Заменить ссылки: ТУ 6-09-1678-77 на ТУ 6-09-1678-86, ТУ 6-09-4521-77 на ТУ 6-09-3375-78;

шестнадцатый абзац: "углерод четыреххлористый" - исключить.

Пункт 3.2.1. После слов "...вместимостью 10 $см^3$" изложить в новой редакции: "растворяют в гексане (экстрагент)" и далее по тексту.

Пункт 3.2.2. В третьем предложении заменить слова: "принятым экстрагентом" на слово "гексаном".

Пункт 3.2.3, второй абзац следует изложить в новой редакции: "Все отобранное количество воды дважды обрабатывают гексаном. Для этого в делительную воронку вместимостью 1000 $см^3$ вливают 700-800 $см^3$ отобранной воды и 50 $см^3$ гексана. Хорошо взбалтывают, дают расслоиться, верхний слой гексана сливают в запасную емкость, а воду сливают в другую делительную воронку такой же вместимостью,

в которой повторяют экстракцию, используя уже 20 $см^3$ экстрагента. После этого воду отбрасывают и проводят такую же операцию со следующей порцией воды, пока не обработают все ее количество и далее по тексту.

Пункт 3.3 (второе предложение). Исключить слова: "четыреххлористый углерод или".

Пункт 3.4. Первый и второй абзацы изложить в новой редакции: "Отобранный по п. I объем анализируемой воды помещают в делительную воронку, дважды обмывают стенки сосуда, в который была отобрана проба, гексаном, используя его по IO-I5 $см^3$ и сливая в ту же воронку. Затем, закрыв воронку пробкой, сильно взбалтывают ее содержимое, выпуская излишки воздуха через кран, повернув воронку краном кверху. Взбалтывание проводят 2-3 мин, после чего ставят воронку в штатив и дают жидкости полностью расслоиться. Затем верхний слой гексана осторожно сливают на сухой бумажный слой... и далее по тексту;

третий абзац (стр. 40). После слов "окончание фильтрования экстракта" дополнить новым предложением: "Фильтрат выпаривают на водяной бане". Исключить слова: "После удаления этих примесей... и далее по тексту.

Пункт 3.5 (после таблицы I) дополнить новыми абзацами: "Результаты определений округляют до сотых долей" и "Форма журнала записи результатов анализа приведена в приложении Б ОСТ 34-70-953.3-88".

"Информационные данные" (пункт 6) дополнить ссылкой на ОСТ 34-70-953.3-88 - п. 3.5.2.

Дополнить новым разделом 6:

"6 ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

6.1 С х о д и м о с т ь

Два результата испытаний, полученные в одной лаборатории, одним исполнителем, из одной пробы, признаются достоверными (с доверительной вероятностью P = 0,95), если расхождение между ними не превышает 0,05 $см^3$ титрованного раствора ртути.

6.2 В о с п р и з в о д и м о с т ь

Два результата испытаний, полученных в разных лабораториях, на одной пробе, признаются достоверными (с доверительной вероятностью P = 0,95), если расхождение между ними не превышает 0,1 $см^3$ титрованного раствора ртути".

gost.e-ecolog.ru