


УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель на-
чальника Департамента
научно-технической по-
литики и развития
РАО "ЭСР России"


К.П. Ливянский

" 30 " _____ 15 2001 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № I ССТ 34-70-953.20-9I "Воды производственные
тепловых электростанций. Методы определения
сульфатов"

Дата введения 2002-01-01

Вводная часть: после слова "объемный" добавить слово "колориметрический".

Пункт 2, заменить ссылки: ГОСТ 20292 на ГОСТ 29227 и
ГОСТ 20292 на ГОСТ 29252.

Пункт 3.4 Присвоить формуле номер: "1".

Пункт 4.2.4 Присвоить формуле номер: "2".

Пункт 4.4 Присвоить формулам соответственно номера: "3" и
"4".

После пункта 4.5.5 внести новый пункт: "5 Колориметрический
метод определения сульфатов":

"5 КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФАТОВ

5.1 У с л о в и я в ы п о л н е н и я и з м е р е н и й

При выполнении измерений следует соблюдать следующие усло-
вия:

5.2 Изменение М I ГОСТ 34-70-953.20-91

диапазон концентрации сульфат-аниона	
в воде	2-5 мг/дм ³
температура окружающей среды	20±5°C
относительная влажность воздуха	45-80%
напряжение питания электрической сети	220±1,4 В

При включении измерительного прибора необходимо соблюдать условия, указанные в "Техническом описании и инструкции по эксплуатации" к прибору.

5.2 Характеристики погрешности измерений

Предел приписанной относительной погрешности измерений массовой концентрации сульфат-аниона в указанном диапазоне 2-5 мг/дм³ составляет 10% (оценку погрешности см. приложение А).

5.3 Метод измерения

Измерение концентрации сульфат-аниона в воде выполняется фотометрическим методом с помощью измерения оптической плотности мутных золиных растворов, образующихся при взаимодействии сульфат-аниона с хлористым барием.

5.4 Средства измерений.

вспомогательное оборудование,
материалы, реактивы

При выполнении измерений применяются следующие средства измерений и другие технические средства:

С.6 Изменение № I ГОСТ 34-70-953.20-9I

фотоколориметр типа КФК или прибор аналогичного типа с набором кювет до 100 мм;

весы лабораторные общего назначения 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;

пипетки измерительные градуированные на 1, 2, 5, 10, 50 см³ по ГОСТ 29227;

колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 см³ по ГОСТ 25336;

барий хлористый по ГОСТ 4103;

борная кислота по ГОСТ 9656;

аммиак водный по ГОСТ 21147;

гидрон Б по ГОСТ 10652;

глицерин по ГОСТ 6259;

кислота соляная по ГОСТ 3118;

вода очищенная по ГОСТ 34-70-953.2.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и реактивов с характеристиками не хуже, чем у перечисленных в пункте 5.4.

5.5 Подготовка к выполнению измерений

До начала выполнения измерений проводят приготовление рабочих растворов, подготовку фотоколориметра к работе и построение градуировочного графика.

С.4 Изменение № I ГОСТ 34-70-953.20-91

5.5.1 Приготовление рабочих растворов

5.5.1.1 Раствор сульфат-аннона 100 мг/дм^3 готовят из стандартного образца, входящего в комплект № 4А ГСС состава водных растворов, соблюдая требования, изложенные в инструкции к ГСС.

10 см^3 стандартного раствора с массовой концентрацией сульфат-аннона 1 г/дм^3 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доливают до метки очищенной водой и перемешивают. Раствор пригоден в день приготовления.

5.5.1.2 Раствор осадительной смеси

В конической колбе вместимостью 300 см^3 растворяют 60 г $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; в другой такой же колбе растворяют 30 г борной кислоты. Растворение проводят при слабом нагревании. Затем в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 выливают оба раствора, приливают 200 см^3 глицерина, 100 см^3 концентрированной соляной кислоты, все перемешивают, доливают до метки очищенной водой, еще раз хорошо перемешивают и фильтруют. После фильтрования осадительную смесь выдерживают в течение 2-х суток.

Раствор пригоден 1 месяц.

5.5.1.3 Аммиачный раствор прилона Б для мытья посуды

Растворяют 100 г прилона Б в 1000 см^3 аммиака с массовой долей 3%.

5.5.2 Подготовка фотоколориметра к работе

Подготовку фотоколориметра к работе проводят в соответствии с "Техническим описанием и инструкцией по эксплуатации" к прибору.

С.5 Изменение I ГОСТ 34-7С-953.2С-9I

5.5.3 Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью каждая по 100 см³ вводят С: I: I,5; 2; 2,5; 3; 3,5 см³ рабочего раствора сульфат-аниона с концентрацией С, I мг/см³, что соответствует С; 0, I; 0, I5; 0, 20; 0, 25; 0, 30; 0, 35 мг SO₄, доливают приблизительно 30 см³ очищенной водой, перемешивают. Затем в каждую колбу вводят по каплям концентрированную соляную кислоту до pH = 2, после чего медленно, при постоянном перемешивании, приливают точно 10 см³ осадительной смеси. Содержимое колб доводят до метки очищенной водой, снова перемешивают. Через 10 мин измеряют на фотоколориметре оптическую плотность (А) этих растворов, установив на приборе светофильтры с областью светопропускания 440 нм, в кюветах длиной 30 мм, сравнивая с той колбой, в которую сульфат-анион не вводился.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают массовую концентрацию (С) сульфат-аниона в пробе в миллиграммах, а по оси ординат - отвечающие им величины оптической плотности (А). По полученным точкам, пользуясь методом наименьших квадратов, проводят прямую.

5.6 Проведение анализа и обработка результатов

5.6.1 В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают от 40 до 30 см³, в зависимости от концентрации сульфат-аниона, фильтрованной анализируемой воды, несколькими каплями концентрированной соляной кислоты доводят pH до 2, после чего медленно, при постоян-

5.6 Изменение 5 I ГОСТ 34-70-953.20-91

ном перемешивания, приливают точно 10 см³ осадительной смеси. Содержимое колб доводят до метки очищенной водой, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность как при построении градуировочного графика. Массовую концентрацию сульфат-аниона находят по градуировочному графику, мг в пробе (Ср). Массовую концентрацию сульфат-аниона, в мг/дм³, вычисляют по формуле

$$C_{\text{сув}} = \frac{C_p}{V} \quad (5)$$

где V - объем воды, взятый для анализа, см³;

C_p - массовая концентрация сульфат-аниона, мг, полученная по градуировочному графику.

5.6.2 Результат анализа C_A с доверительными границами погрешности, в мг/дм³, записывают следующим образом

$$C_A = C_{\text{сув}} \pm 0,1 C_{\text{сув}}$$

где $C_{\text{сув}}$ - результат измерения, мг/дм³.

5.7 Контроль погрешности результатов измерения

5.7.1 Спектральный контроль погрешности (точности)

5.7.1.1 Спектральный контроль погрешности проводят с использованием образцов для контроля.

5.7.1.2 Образцом для контроля может служить стандартный раствор сульфат-аниона, приготовленного из ГСС водного раствора.

5.7.1.3 Выполняют измерение концентрации сульфат-аниона в образце для контроля; найденное значение C_I сравнивают с аттестованным значением C_2 . Расхождение между ними K_K не должно превышать норматив оперативного контроля погрешности K .

С.7 Изменение № I ССТ 34-7С-953.2С-9I

5.7.I.4 Расхождения между найденным и аттестованным значениями концентрации сульфат-аниона в образце для контроля (K_K), в мг/дм³, определяют по формуле

$$K_K = C_I - C_2 \quad (6)$$

5.7.I.5 Норматив оперативного контроля погрешности К, в мг/дм³, определяют по формуле

$$K = C.I.C_I \quad (7)$$

5.7.J.6 Точность результатов анализа рабочих проб, полученных за период, в течение которого условия выполнения измерений соответствовали условиям контрольного измерения, считают удовлетворительной, если

$$K_K \leq K$$

5.8 Ф о р м л е н и е р е з у л ь т а т о в из м е р е н и й

Результаты измерений записывают в таблицу I, форма которой приведена ниже.

Таблица I

№ п/п	Дата отбора	Наименование точки отбора	Содержание сульфат-аниона
-------	-------------	---------------------------	---------------------------

Подпись оператора

С.3 Изменение № I ГОСТ 34-70-953.20-91

5.9 Техника безопасности

При выполнении измерений с применением настоящей методики следует соблюдать требования безопасности, указанные в РД 34.03.ЭО1 (раздел 3.7.5 "Требования безопасности при работе в химических лабораториях").

5.10 Требования к квалификации оператора

К выполнению анализа допускаются лица, имеющие среднее техническое образование, опыт работы в химической лаборатории не менее 3 месяцев, освоившие методику выполнения измерений на фотоколориметре в соответствии с "Техническим описанием и инструкцией по эксплуатации", прилагаемой к прибору.

Приложение А
(обязательное)

ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ
КОНЦЕНТРАЦИИ СУЛЬФАТ-АНИОНА В ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ
ВСЛАХ

1 Составляющие погрешности, связанные с отбором пробы δ_1
не учитываются.

2 Составляющие погрешности, связанные с подготовкой пробы

2.1 Ст неточного определения объема анализируемой пробы
 $\delta_2 - 0,1\%$.

3 Составляющие погрешности, связанные с подготовкой раство-
ров для калибровки фотокolorиметра

3.1 Ст неточного определения объема с помощью мерной колбы
 $\delta_3 - 0,01\%$

3.2 Ст неточного определения объема с помощью пипетки
 $\delta_4 - 0,2\%$

3.3 Ст потери исходного раствора за счет остатка его на
стенках пипетки δ_5 - не учитываются

3.4 Ст погрешности исходного раствора $\delta_6 - 1\%$.

4 Составляющие погрешности, связанные с неточностью опреде-
ления оптической плотности при калибровке фотокolorиметра $\delta_7 -$
- 1,3%.

5 Составляющие погрешности, связанные с измерением массовой
концентрации сульфат-аниона

5.1 Ст неточности определения оптической плотности $\delta_8 - 1,3\%$

5.2 Ст оптической неоднородности пробы $\delta_9 - 3\%$

5.3 От негочности построения калибровочного графика d_{10} -
- 0,5%.

3 Предел суммарной относительной погрешности измерения кон-
центрации сульфат-аниона определяется по формуле

$$d_{гр} = \sqrt{d_1^2 + d_2^2 + d_3^2 + d_4^2 + d_5^2 + d_6^2 + d_7^2 + d_8^2 + d_9^2 + d_{10}^2} =$$
$$= \pm 9,3\% \quad (\text{Л.1})$$

С учетом изменений свойств растворов при выполнении изме-
рений принимаем относительную погрешность измерения массовой
концентрации сульфат-аниона равной 10%.

С.11 Изменение № I ССТ 34-70-953.20-91

Раздел "Информационные данные" (п. 6)

Внести ссылки на: ГОСТ 9656-75, ГОСТ 21147-80, ГОСТ 10652-7 ,
ГОСТ 6259-75, ГОСТ 29227-91 , ГОСТ 29252-91 , РД 34.03.201-97

"Правила техники безопасности при эксплуатации тепломеханическо-
го оборудования электростанций и тепловых сетей" (М., ЭНАС, 1997),

ГОСТ 8693-93-8695-93 "Комплексы сульфат-ионов в АА".

Исключить ссылку на ГОСТ 20292-74.

СО Д Е Р Ж А Н И Е

ОСТ 34-70-953.19-91	Воды производственные теп- ловых электростанций. Метод оп- ределения ЭДТА и ее солей 1
ОСТ 34-70-953.20-91	Воды производственные тепловых электростанций. Методы опреде- ления сульфатов13
ОСТ 34-70-953.21-91	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определе- ния свободной угольной кислоты..... 25

Отдел научно-технической информации
РТ ВТИ Заказ № 27 Тираж 1120 экз.
Цена 17 р. 80 к.