ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ОХРАНА ПРИРОДЫ. ГИДРОСФЕРА
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
КОНЦЕНТРАЦИИ ГИДРАЗИНА В СТОЧНЫХ ВОДАХ
ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

ОСТ 34-70-715 - 85

Издание официальное

УТВЕРЖДЕН
Приказом Минэнерго СССР
от 06.05.85
№ 29а

СОГЛАСОВАНО
Начальник
управления по охране
природы Минэнерго СССР
К.В. Ананичев
1985г.

СОГЛАСОВАНО
Зам. начальника
Главтехуправления
Минэнерго СССР
Д.Я. Шамараков
21.02.85 1985 г.

ЛИСТ УТВЕРЖДЕНИЯ

отраслевого стандарта "Охрана природы. Гидросфера. Метод определения концентрации гидразина в сточных водах тепловых электростанций"

ОСТ 34-70-715-85

Зам. директора ВТИ	Г.И. Ефимочкин
Зав. отделом стандартизации и внедрения ВТИ	Д.К. Федотов
Зам. директора УралВТИ	О.Н. Дегтев
Зав. отделением УралВТИ	Р.К. Гронский
Руководитель темы	В.И. Рычкова
Ответственный исполнитель	Я.И. Бельская

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ МИНИСТЕРСТВА ЭНЕРГЕТИКИ И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ СССР ОТ 06.05.85 № 29а

РАЗРАБОТАН Уральским филиалом Всесоюзного дважды ордена Трудового Красного Знамени теплотехническим научно-исследовательским институтом им. Ф.Э. Дзержинского

ИСПОЛНИТЕЛИ В.И.Рычкова, Я.И. Бельская, Г.И. Митрюкова

628.13:543.06

УДК ~~681.311.22:628.314.2~~ Группа Т58

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

Охрана природы. Гидросфера. Метод определения концентрации гидразина в сточных водах тепловых электростанций ОКСТУ 0017	ОСТ 34-70-715-85 Введен впервые

Приказом Министерства энергетики и электрификации СССР от 6 мая 1985 г. № 29а Срок введения установлен с 01.04.86 г.

Настоящий стандрат распространяется на сточные воды тепловых электростанций и устанавливает фотометрический метод определения концентрации гидразина в них.

Сущность метода состоит во взаимодействии гидразина с *п* - диметиламинобензальдегидом с образованием азина, окрашенного в желтый цвет. Максимум в спектре поглощения наблюдается при длине волны 450 нм. Отрицательное влияние органических аминов и нитритов устраняется обработкой пробы иодом и сульфаминовой кислотой.

Предельная концентрация гидразина при его обнаружении составляет 0,005 мг/дм^3.

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 24481-80.

Объем пробы должен быть не менее 50 см^3.

Пробы отбирают в стеклянную посуду. Анализ должен быть выполнен не позднее чем через 4 ч. после отбора.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любой модели λ = 440÷460 нм).

Кюветы с толщиной слоя 5 см.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,2 мг, классом точности I,2 по ГОСТ 24104-80.

Колбы мерные вместимостью 50 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770-74.

Колбы конические с притлифованной пробкой вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 1770-74.

Бюретка для титрования вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 20292-74.

Пипетки вместимостью I,5 и 10 см^3 по ГОСТ 20292-74.

Цилиндр вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770-74.

п - Диметиламинобензальдегид чистый.

Кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204-77.

Кислота сульфаминовая х.ч.

Калий иодистый х.ч. по ГОСТ 4232-74.

Иод ч.д.а. по ГОСТ 4159-79, или фиксанал.

Натрия гидроокись х.ч. по ГОСТ 4328-77.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) пятиводный ч.д.а. или фиксанал.

Крахмал растворимый ч. по ГОСТ 10163-76.

Гидразин сернокислый ч.д.а. по ГОСТ 5841-74, или дигидрохлорид ч.д.а. по ГОСТ 22159-76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Перед проведением анализа должны быть приготовлены.

3.1.1. Раствор *п* - диметиламинобензальдегида. В мерной колбе вместимостью 500 см^3 растворяют 15г. *п* - диметиламино-

бензальдегида в 200-300 см^3 серной кислоты, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1:4, доводят этой же кислотой до метки и перемешивают. Раствор устойчив в течение 1 мес. при хранении в темном месте в плотно закрытом сосуде.

3.1.2. Раствор сульфаминовой кислоты. В 100 см^3 дистиллированной воды растворяют 1 г сульфаминовой кислоты.

3.1.3. Раствор серной кислоты примерной концентрацией 0,5 моль/дм^3. В 400-500 см^3 дистиллированной воды вливают 27 см^3 серной кислоты пл. 1,84 и после охлаждения доводят дистиллированной водой до 1 дм^3. Жидкость перемешивают.

3.1.4. Серная кислота разбавленная дистиллированной водой в соотношении 1:4. Один объем серной кислоты пл. 1,84 вливают в четыре объема дистиллированной воды. Дают остыть и перемешивают.

3.1.5. Раствор иода концентрацией 0,1 моль/дм^3 готовят из фиксанала иода.

При отсутствии фиксанала можно использовать кристаллический иод. Для этого взвешивают в бюксе 12,7 г иода, растворяют его в 50 см^3 50 %-ного раствора иодистого калия в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Поправочный коэффициент раствора иода устанавливают по раствору тиосульфата натрия. Раствор 0,1 моль/дм^3 иода достаточно устойчив.

Раствор иода концентрацией 0,01 моль/дм^3 получают налив в мерную колбу вместимостью 500 см^3 50 см^3 раствора иода 0,1 моль/дм^3 концентрации доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор иода 0,01 моль/дм^3 малоустойчив, его концентрацию контролируют перед использованием. Растворы иода

хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой.

3.1.6. Раствор тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/дм^3 готовят из фиксанала тиосульфата натрия. При отсутствии фиксанала 24,8 г тиосульфата натрия растворяют в свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Поправочный коэффициент устанавливают по двухромовокислому калию. Раствор тиосульфата натрия хранят в бутылях, закрытых пробкой с хлоркальциевой трубкой, наполненной натронной известью или аскаритом.

Для приготовления раствора концентрации 0,01 моль/дм^3 в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 100 см^3 раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 доводят до метки свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Раствор применяют свежеприготовленным.

3.1.7. Раствор крахмала 1 %-ной концентрации готовят по ГОСТ 4517-75.

3.1.8. Раствор гидроокиси натрия концентрацией 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 4517-75.

3.1.9. Основной (стандартный) раствор гидразина, концентрацией 0,1 мг/см^3, приготовляют растворением 0,406 г сернокислого или 0,328 г дигидрохлорида гидразина в 50-100 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят водой до метки и перемешивают. Затем устанавливают титр раствора. Для этого 10 см^3 основного стандартного раствора гидразина наливают в коническую колбу с притертой пробкой, доводят дистиллированной водой до 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия и 20 см^3 раствора иода концентрации 0,01 моль/дм^3.

Колбу закрывают пробкой, смесь взбалтывают и оставляют в темном месте на 2-3 мин. Затем добавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты концентрации 0,5 $моль/дм^3$ титруют выделившийся иод раствором тиосульфата натрия концентрации 0,01 $моль/дм^3$ добавляя в конце титрования 1 $см^3$ раствора крахмала. Титрование ведут медленно при интенсивном перемешивании до полного обесцвечивания раствора.

Одновременно определяют расход раствора тиосульфата натрия на титрование холостой пробы, т.е. на 100 $см^3$ дистиллированной воды. Титр раствора ($мг/см^3$) устанавливают из трех определений, причем расхождения не должны превышать 0,1 $см^3$.

С учетом среднего результата вычисляется содержание гидразина (T $мг/см^3$) в приготовленном растворе:

$$T = \frac{(a_1 - a_2)\,Э\,K\,8}{V},$$

где a_1 - расход раствора тиосульфата натрия на титрование пробы холостого опыта, $см^3$;

a_2 - среднее арифметическое значение расхода раствора тиосульфата натрия на титрование основного раствора гидразина, $см^3$;

$Э$ - эквивалентная концентрация раствора тиосульфата натрия;

K - поправочный коэффициент к эквивалентной концентрации раствора тиосульфата натрия по п. 3.1.6;

8 - эквивалент гидразина в реакции с иодом;

V - объем раствора гидразина, взятый для определения титра, $см^3$.

3.1.10. Рабочие стандартные растворы гидразина:

раствор 1 концентрацией 0,001 $мг/см^3$ готовят разбавлением

основного раствора в 100 раз, для этого 5 $см^3$ основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят дистиллированной водой до метки;

раствор II концентрацией 0,0001 мг/$см^3$ готовят разбавлением раствора I в 10 раз. Растворы применяют свежеприготовленными.

3.2. Построение градуировочных графиков.

3.2.1. Для интервала концентраций гидразина 0,001-0,010 мг в пробе (40 $см^3$), что соответствует 0,025-0,25 мг/$дм^3$, в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ помещают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 $см^3$ рабочего стандартного раствора I, приливают дистиллированную воду до объема 40 $см^3$, перемешивают, добавляют 5 $см^3$ раствора *n* - диметиламинобензальдегида, перемешивают и доводят объем до метки дистиллированной водой. Перемешивают и через 2 мин. измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 450 нм в кювете с толщиной слоя 5 см относительно раствора сравнения (дистиллированная вода, в которую добавлены все реактивы, как и в пробу).

Анализ повторяют еще для двух-трех серий калибровочных растворов и на основании средних значений строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от концентрации гидразина, откладывая по оси абсцисс концентрацию гидразина в миллиграммах в пробе, а по оси ординат - соответствующие значения оптической плотности.

3.2.2. Для интервала концентраций гидразина 0,0002-0,001 мг в пробе, что соответствует 0,005-0,025 мг/$дм^3$, в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ помещают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 $см^3$ рабочего стандартного раствора II, приливают дистиллированную воду до объема 40 $см^3$ и дальнейший ход анализа проводят

так же, как указано в п. 3.2.I.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.I. К 40 $см^3$ пробы (или к меньшему объему, содержащему не более 0,0I мг гидразина и разбавленному дистиллированной водой до 40 $см^3$), помещенной в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ раствора *п* - диметиламинобензальдегида, перемешивают, доводят дистиллированной водой до метки и снова перемешивают. Через 2 мин. пробу фотометрируют по отношению к раствору сравнения, как описано в п. 3.2.I. Концентрацию гидразина находят по градуировочному графику.

4.2. При наличии в анализируемой воде органических аминов, реагирующих с *п* - диметиламинобензальдегидом с образованием окрашенных соединений (устанавливают проведением пробного анализа), мешающее влияние их устраняют обработкой пробы иодом. Для этого отбирают две пробы одинакового объема и в первую добавляют по каплям раствор иода концентрации 0,I моль/$дм^3$ до появления отчетливой желтой окраски. Через I мин. избыток иода связывают прибавлением по каплям раствора тиосульфида натрия до концентрации 0,I моль/$дм^3$ обесцвечивания пробы. Затем к обеим пробам прибавляют реактивы, как описано в ходе определения, и фотометрируют вторую пробу по отношению к первой.

4.3. Если анализируемая вода мутна, то в качестве раствора сравнения также используют пробу анализируемой воды, в которой гидразин разрушают обработкой ее раствором иода, как описано в п. 4.2.

4.4. Если анализируемая вода содержит нитриты, то их связывают сульфаминовой кислотой. Для этого в пробу перед добавлением *п* - диметиламинобензальдегида прибавляют I $см^3$ суль-

фаминовой кислоты.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Концентрацию гидразина (X мг/дм^3) вычисляют по формуле

$$X = \frac{C\,1000}{V},$$

где C - концентрация гидразина в пробе, найденная по градуировочному графику, мг;

V - объем пробы, взятый для анализа, см^3;

1000 - пересчет к объему в 1 дм^3.

5.2. Пределы допускаемого значения среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений S при концентрациях 0,005-0,250 мг/дм^3 составляет 0,0015-0,015 пределы допускаемых значений систематической составляющей погрешности измерений ± 0,015-0,016 при n =6 и доверительной вероятности 0,95.

6. ТРЕБОВАНИЯ К ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ

Соединения гидразина относятся к вредным веществам. При работе с растворами гидразина пипетки следует заполнять при помощи резиновой груши. При попадании растворов гидразина на кожу ее следует промыть водой.

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ
ОСТ 34-70-715-85

Номер изм.	Номера листов (страниц)				Номер документа	Подпись	Дата	Срок введения изменений
	изменённых	заменённых	новых	аннулированных				