

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

НОРМАТИВНО- ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ И КОТЕЛЬНЫХ

ОТРАСЛЕВЫЕ СТАНДАРТЫ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА

Определение ЭДТА и ее солей,
сульфатов, свободной
угольной кислоты

ОСТ 34-70-953.19—91 ÷
ОСТ 34-70-953.21—91

Издание официальное

Москва 1991

О Т Р А С Л Е В О Й С Т А Н Д А Р Т

Воды производственные
тепловых электростанций.

Методы определения

ОСТ 34-70-953.20-91

сульфатов

ОКСТУ 2109

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды электростанций и устанавливает гравиметрический и объемный методы определения сульфатов в исходной и осветленных водах.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.1.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Пипетки - по ГОСТ 20292, вместимостью 5, 10, 25, 50 и 100 см³.

Бюретки - по ГОСТ 20292, вместимостью 10 и 25 см³.

Цилиндры - по ГОСТ 1770, вместимостью 50 и 100 см³.

Колбы по ГОСТ 1770, вместимостью 500 и 1000 см³.

Издание официальное

© ВТИ им.Ф.Э.Дзержинского, 1991

С.2 ОСТ 34-70-953.20-91

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные - по ГОСТ 25336.

Кислота соляная - по ГОСТ 3118.

Метиловый оранжевый - по ГОСТ 4919.1.

Барий хлористый - по ГОСТ 4108 с массовой долей 5%.

Барий азотнокислый - по ГОСТ 3777, раствор концентрации $c\left(\frac{1}{2}Ba(NO_3)_2\right) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$.

Кислота серная, фиксанал - по ТУ 6-09-2540.

Ацетон - по ГОСТ 2603.

Хлорфосфоназо III - по ТУ 191-36, раствор с массовой долей 0,2%.

Фильтры обеззоленные, "синяя лента" - по ТУ 6-09-1678.

Печь муфельная любого типа, обеспечивающая нагрев в интервале температур 950-1100°C.

Вода очищенная - по ОСТ 34-70-953.2.

Вода дистиллированная - по ГОСТ 6709.

Натрий углекислый безводный - по ГОСТ 83, раствор с массовой долей 1%.

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФАТОВ

3.1. Сущность метода состоит в образовании осадка сернокислого бария при взаимодействии ионов бария и сульфатов.

Чувствительность метода - 5 мг (SO_4^{2-}) в пробе.

3.2. Приготовление рабочего раствора

Раствор хлористого бария с массовой долей 5%.

Растворяют 5 г реактива в 95 см³ дистиллированной воды.

Реактив устойчив. Хранят в посуде с закрывающейся крышкой.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Отмеренную порцию анализируемой воды, содержащую сульфаты в интервале от 10 до 200 мг, помещают в химический стакан, вместимостью 250 см³, доливают объем до 100 см³ дистиллированной водой, вносят 1-2 капли индикатора метилового оранжевого и приливают 5 см³ концентрированной соляной кислоты. Если анализируемая жидкость имела повышенную щелочность, то количество соляной кислоты увеличивают, чтобы избыток кислоты примерно равен 5 см³. Жидкость нагревают до кипения и приливают 5 см³ хлористого бария с массовой долей 5%. Для получения крупных частиц осадка, хорошо фильтрующегося и отмывающегося, в анализируемую жидкость спервавливают 0,2-0,3 см³ хлористого бария, поддерживая ее слабое кипение. Затем через 1-2 мин вводят еще примерно 1 см³ раствора хлористого бария, продолжая нагревать жидкость, а затем приливают оставшийся объем этого раствора. Хорошо перемешав, жидкость с образовавшимся осадком оставляют до следующего дня.

Если в анализируемой воде образовался большой осадок, необходимо проверить полноту осаждения. Для этого к осветлившемуся раствору, не взмучивая осадок, приливают примерно 1 см³ раствора хлористого бария. Отсутствие помутнения свидетельствует о полноте осаждения. Образовавшийся осадок отфильтровывают на

два обеззоленных фильтра "синяя лента".

Осторожно, не взмучивая осадка, сливают на фильтр прозрачный осветлившийся раствор. Затем переносят осадок, смывая его струей дистиллированной воды из промывалки и стирая частички осадка кусочками беззольного фильтра. Смывание осадка проводят холодной дистиллированной водой, а промывают горячей. Полноту промывания контролируют по содержанию хлоридов в фильтре. Обычно для промывания бывает достаточно 200-250 мл воды. Чрезмерное промывание приводит к получению заниженных результатов, вследствие частичного растворения осадка.

Промытый осадок, вместе с фильтром, переносят во взвешенный прокаленный фарфоровый тигель, подсушивают, озоляют фильтр и прокаливают осадок при 800-850°C. Озоление фильтра следует проводить по возможности без воспламенения, так как образующиеся потоки газов могут захватить и некоторые частички осадка. Прокаленный осадок не гигроскопичен, после охлаждения тигля его взвешивают.

3.4. Обработка результатов

Концентрацию сульфатов (SO_4^{2-}) в миллиграммах на килограмм вычисляют по формуле

$$(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 0,4115}{V} \cdot 10^6,$$

где m_1 - масса сульфата бария с массой тигля, г;

m_0 - масса пустого тигля, г;

V - объем анализируемой воды, см³;

0,4115 - коэффициент пересчета массы BaSO_4 на SO_4^{2-}

Суммарная погрешность результата определения сульфатов с

доверительной вероятностью $P = 0,95$ указаны в табл. I.

Таблица I

| Масса сульфатов в пробе, мг | 3 | 5 | 10 | 20 | 50 |
|--------------------------------------|----------|----------|----------|---------|---------|
| Суммарная погрешность определения, % | ± 20 | ± 15 | ± 10 | ± 5 | ± 2 |

4. ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФАТОВ

4.1. Сущность метода состоит во взаимодействии сульфатов с ионами бария, которые при полном образовании серноокислого бария в присутствии индикатора хлорфосфоназо III изменяют окрашивание жидкости из фиолетово-розовой в голубую при значении pH в пределах I-3.

Чувствительность метода - 0,5 мг (10_4^{2-}) в пробе.

4.2. Приготовление рабочих растворов

4.2.1. Раствор индикатора хлорфосфоназо III с массовой долей 0,2%.

0,2 г индикатора растворяют в 100 см³ очищенной воды. Устойчив в течение двух недель. Хранят в хорошо закрывающейся склянке из темного стекла.

4.2.2. Раствор соляной кислоты концентрации с (HCl) = 2 моль/дм³.

Готовят разбавлением концентрированной соляной кислоты примерно в 5 раз.

4.2.3. Раствор серной кислоты концентрации с ($1/2 H_2SO_4$) = 0,1 моль/дм³ готовят из фиксанала по инструк-

пии, прилагаемой к набору. Раствор устойчив, хранят в склянке с закрывающейся пробкой.

4.2.4. Раствор нитрата бария концентрации с $(1/2 Ba(NO_3)_2) = 0,02$ моль/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ отвешивают 2,6 г $(Ba(NO_3)_2)$ и растворяют в дистиллированной воде. Раствор устойчив. Хранят в склянке с закрывающейся пробкой.

Точную концентрацию приготовленного раствора определяют по серной кислоте концентрации с $(1/2 H_2SO_4) = 0,1$ моль/дм³. Для этого в две конические колбы отмеривают 1 и 2 см³ раствора серной кислоты, доливают до 10 см³ очищенной водой, добавляют 0,25 см³ соляной кислоты концентрации с $(HCl) = 2$ моль/дм³, 25 см³ ацетона и две капли индикатора хлорфосфонсо 3H. Затем медленно титруют кислоту раствором азотнокислого бария концентрации с $(1/2 Ba(NO_3)_2) = 0,02$ моль/дм³ до изменения окраски от фиолетово-розовой до сине-голубой.

Содержание сульфатов (Т) в миллиграммах, отвечающее 1 см³ раствора азотнокислого бария, вычисляют по формуле

$$T = \frac{V \cdot 4,803}{V_1}$$

где V - объем серной кислоты концентрации с $(1/2 H_2SO_4) = 0,1$ моль/дм³, отмеренный для определения, см³;
 V_1 - объем раствора азотнокислого бария, израсходованный на титрование серной кислоты, см³;
 4,803 - 1/10 молярной массы эквивалента (SO_4^{2-}) .

4.2.5. Раствор натрия углекислого безводного с массовой долей 1%.

Растворяют 1 г этого реактива в 99 см³ очищенной воды.

Раствор устойчив. Хранят в полиэтиленовой посуде.

4.3. Пр о в е д е н и е а н а л и з а

Выполнению определения сульфатов мешает присутствие в анализируемой воде кальция при содержании его 0,25 мг в пробе, влияние которого устраняют осаждением содой. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 25 см³ анализируемой воды, доливают примерно до 50 см³ очищенной водой, нагревают на плитке до кипения и медленно по каплям приливают 10 см³ раствора натрия углекислого с массовой долей 1%. Пробу кипятят 3 мин, а затем образовавшийся осадок углекислого кальция фильтруют на обеззоленный фильтр "белая лента", собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок на фильтре промывают 2 раза холодной очищенной водой, собирая промывные воды в ту же колбу, объем доливают до метки, перемешивают и отбирают точно 5 см³ пипеткой для титрования. К отобранной порции приливают 0,25 см³ раствора соляной кислоты концентрации с HCl = 2 моль/дм³, 25 см³ ацетона, две капли индикатора хлорфосфоназо III с массовой долей 0,2% и титруют раствором азотнокислого бария концентрации с $(\frac{1}{2} Ba(NO_3)_2) = 0,02$ моль/дм³ до перехода фиолетово-розовой окраски в сине-голубую.

При незначительном содержании кальция в анализируемых водах обработка содой не требуется. Если в анализируемой воде концентрация сульфатов менее 20 мг/кг, необходимо предварительное концентрирование пробы упариванием до примерно 5 см³, а далее проводят анализ как описано выше.

4.4. Обработка результатов

Концентрацию сульфатов (SO_4^{2-}) в миллиграммах на килограмм вычисляют по формуле

$$(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{V_0 \cdot T \cdot 100}{V_1 \cdot V_2} \cdot 10^3$$

где V_0 - объем раствора азотнокислого бария, израсходованный на титрование, см^3 ;

T - точная концентрация раствора азотнокислого бария в миллиграммах сульфат-иона в 1 см^3 раствора;

V_1 - объем анализируемой воды, взятой для определения сульфатов с предварительным осаждением кальция, см^3 ;

V_2 - объем пробы, взятый для определения сульфатов после осаждения кальция, см^3 ;

100 - мерная колба, куда собирався фильтрат после осаждения кальция, см^3 .

Если предварительно кальций не осаждался, то вычисляют (SO_4^{2-}) по формуле

$$(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{V_0 \cdot T}{V} \cdot 10^3,$$

где V - объем анализируемой воды, взятый для определения, см^3 .

Суммарная погрешность результата определения сульфатов с применением хлорфосфопазо III с доверительной вероятностью

$P = 0,95$ указана в табл. 2.

Таблица 2

| Масса сульфатов в пробе (SO_4^{2-}), мг | 0,5 | 1 | 2 | 5 | 10 | 20 | 50 |
|--|---------|---------|-----------|---------|-----------|-----------|-----------|
| Суммарная погрешность определения, % | ± 5 | ± 4 | $\pm 2,5$ | ± 1 | $\pm 0,5$ | $\pm 0,4$ | $\pm 0,2$ |

4.5. Техника безопасности

4.5.1. Ацетон легкоиспаряющаяся жидкость и по степени воздействия на организм человека относится к веществам 4-го класса опасности по ГОСТ 12.1.007.

4.5.2. Предельно допустимая концентрация (ПДК) ацетона в воздухе рабочей зоны производственных помещений - 200 мг/м^3 в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

4.5.3. Ацетон относится к легковоспламеняющимся жидкостям I-го разряда - особо опасным ЛВЖ.

При работе с ацетоном запрещается использовать электронагревательные приборы с открытой спиралью, а также открытое пламя.

В случае возгорания следует применять в качестве средства пожаротушения тонкораспыленную воду, инертные газы, воздушно-механическую пену.

4.5.4. Ацетон способен вызывать аллергические заболевания, поэтому все работы с применением ацетона следует вести под вытяжным шкафом, проводя не более 4-5 анализов в смену.

4.5.5. В случае попадания ацетона на кожу следует немедленно промыть эти места под струей холодной воды в течение 15 мин до полного смывания ацетона.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ Министерства энергетики и электрификации СССР от 20.09.91 № 100а
2. ИСПОЛНИТЕЛИ Д.М.Кострикин, докт. техн. наук; Н.М.Калинина, О.М.Штерн; С.Д.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 № 8435614 от 21.10.91
4. Срок первой проверки - 1997 г., периодичность проверки - 5 лет
5. ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М., СПО Совзтехэнерго, 1979 г.) в части определения сульфатов (раздел 24)
6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на которые ссылка | Номер пункта, подпункта, перечисление приложений |
|---------------------------------------|---|
| ГОСТ 12.1.005-88 | 4.5.2 |
| ГОСТ 12.1.007-76 | 4.5.2 |
| ГОСТ 83-79 | 2 |
| ГОСТ 1770-74 | 2 |
| ГОСТ 2603-79 | 2 |
| ГОСТ 3118-77 | 2 |
| ГОСТ 4108-72 | 2 |
| ГОСТ 4919.1-77 | 2 |
| ГОСТ 6709-72 | 2 |
| ГОСТ 20292-74 | 2 |
| ГОСТ 24104-88 | 2 |

| Обозначение НТД, на которые ссылка | Номер пункта, подпункта, перечисления приложений |
|---------------------------------------|---|
| ГОСТ 25336-82 | 2 |
| ОСТ 34-70-953.1-88 | 1 |
| ОСТ 34-70-953.2-88 | 2 |
| ТУ 6-09-2540-72 | 2 |
| ТУ 6-09-3719-74 | 2 |
| ТУ 19П-36-69 | 2 |

С.12 ОСТ 34-70-953.20-91

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

ОСТ 34-70-953.20-91

| Номер изме- нения | Номер листа (страницы) | | | | Номер доку- мента | Подпись | Дата | Срок введения изменений |
|-------------------------|------------------------|------------------|-------------|---------------------------|-------------------------|---------|------|-------------------------------|
| | изменен- ного | замене- нного | ново- го | аннули- рован- ного | | | | |
| | | | | | | | | |

УТВЕРЖДАЮ

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


К.П. Ливановский

"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 № 1 ГОСТ 34-70-953.20-91

диапазон концентрации сульфат-аниона

в воде

2-5 мг/дм³

температура окружающей среды

20±5°C

относительная влажность воздуха

45-80%

напряжение питания электрической сети

220±1,4 В

При заключении 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% (ценку погрешности см. приложение А).

5.3 Метод измерения

Измерение концентрации сульфат-аниона в воде выполняют фотометрическим методом с помощью измерения оптической плотности мутных водных 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.С 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;

гидроксид по ГОСТ 10652;

глицерин по ГОСТ 3259;

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-аниона 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-аниона 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 300 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 0,1 мг/см³, что соответствует С: 0,1; 0,15; 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_A . Расхождение между ними K_K не должно превышать норматив оперативного контроля погрешности K .

С.7 Изменение № I ССТ 34-70-953.20-9I

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 K , 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

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 фотокolorиметре 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
ВОДАХ

1 Составляющие погрешности, связанные с отбором пробы σ_1
не учитываются.

2 Составляющие погрешности, связанные с подготовкой пробы

2.1 Ст неточного определения объема анализируемой пробы
 $\sigma_2 - 0,1\%$

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

3.1 Ст неточного определения объема с помощью мерной колбы
 $\sigma_3 - 0,01\%$

3.2 Ст неточного определения объема с помощью пипетки
 $\sigma_4 - 0,2\%$

3.3 Ст потери исходного раствора за счет остатка его на
стенках пипетки σ_5 - не учитываются

3.4 Ст погрешности исходного раствора $\sigma_6 - 1\%$

4 Составляющие погрешности, связанные с неточностью опреде-
ления оптической плотности при калибровке фотоколориметра σ_7 -
- 1,3%.

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

5.1 Ст неточности определения оптической плотности $\sigma_8 - 1,3\%$

5.2 Ст оптической неоднородности пробы $\sigma_9 - 3\%$

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

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

$$\alpha_{rp} = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2 + \delta_4^2 + \delta_5^2 + \delta_6^2 + \delta_7^2 + \delta_8^2 + \delta_9^2 + \delta_{10}^2} =$$

$$= \pm 9,3\%$$
(А.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 "Комплект сульфат-желез 10 4А".

Исключить ссылку на ГОСТ 20292-74.

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|---------------------|---|
| ОСТ 34-70-953.19-91 | Воды производственные теп- ловых электростанций. Метод оп- ределения ЭДТА и ее солей I |
| 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.