

**РОССИЙСКОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО ЭНЕРГЕТИКИ
И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ «ЕЭС РОССИИ»**

Департамент научно-технической политики и развития

СТАНДАРТЫ ОТРАСЛИ

**ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ
ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ**

Методы определения показателей качества

**ОСТ 34-70-953.27-99,
ОСТ 34-70-953.28-00,
ОСТ 34-70-953.29-00**

АООТ «ВТИ»

Москва 2002

**РОССИЙСКОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО ЭНЕРГЕТИКИ
И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ «ЕЭС РОССИИ»**

Департамент научно-технической политики и развития

СТАНДАРТ ОТРАСЛИ

**ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ
ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ**

**Методика выполнения измерений
массовой концентрации сульфитов**

ОСТ 34-70-953.29-00

**АООТ «ВТИ»
Москва 2002**

Разработано Акционерным обществом открытого типа «Всероссийский теплотехнический научно-исследовательский институт» (АООТ «ВТИ»)

**Исполнители Н.М. КАЛИНИНА, О.М. ШТЕРН, С.Ю. ПЕТРОВА,
Ю.М. КОСТРИКИН**

Утверждено Департаментом научно-технической политики и развития РАО «ЕЭС России» 29 декабря 2000 г.

Первый заместитель
начальника

А.П. ЛИВИНСКИЙ

Взамен «Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях» (М.: СПО «Союзтехэнерго», 1979) в части определения сульфитов (раздел 25)

Свидетельство о метрологической аттестации № 011/01, выданное метрологической службой АООТ «ВТИ»

Срок первой проверки настоящего ОСТА – 2006 г.,
периодичность проверки – один раз в 5 лет.

Ключевые слова: энергетика, тепловые электростанции, вода, растворы, колба, сульфиты.

Дата введения 2001-04-01

Настоящий стандарт распространяется на измерения, выполняемые при определении качества производственных вод теплоэнергетических установок, и устанавливает методику выполнения измерений (МВИ) массовой концентрации сульфитов в производственных водах ТЭС.

Использование сульфитов в производственных водах ТЭС обусловлено необходимостью связывания растворенных в воде кислорода и имеющихся в её составе окислителей, влияющих на коррозионную стойкость металла оборудования и контура циркуляции.

1 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений следует соблюдать следующие условия:

| | |
|--|-----------|
| диапазон концентраций сульфит-аниона в воде, мкг/дм ³ | 50 – 1000 |
| температура окружающей среды, °С | 20 ± 5 |
| относительная влажность воздуха, % | 45 – 80 |
| напряжение питания электрической сети, В | 220 ± 4,4 |

При включении измерительного прибора необходимо соблюдать условия, указанные в «Техническом описании и инструкции по эксплуатации».

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Предел приписанной относительной погрешности измерений массовой концентрации анион-сульфита SO_3^{2-} в указанном диапазоне 50–1000 мкг/дм³ составляет ±10 % (оценка погрешности приведена в приложении А).

Издание официальное

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Концентрацию сульфит-аниона SO_3^{2-} в воде определяют фотометрическим методом, измеряя оптические плотности водных растворов, содержащих избыточное количество йода.

4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

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

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

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

ципетки 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;

колбы конические вместимостью 250 и 500 см³ с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336;

иод фиксанал по ТУ 6-09-2540;

натрий сернистокислый по ГОСТ 4166;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163;

вода очищенная по ОСТ 34-70-953.2.

Допускается использование средств измерений других типов, посуды и реактивов с характеристиками не хуже, чем у перечисленных в разделе 4.

5 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

До начала измерений готовят рабочие растворы, подготавливают фотоколориметр к работе и строят градуировочный график.

5.1 Приготовление рабочих растворов

5.1.1 Исходный раствор иода концентрации с $(1/2\text{J}_2) = 0,1$ моль/дм³ готовят из фиксанала; раствор устойчив в течение года при хранении в склянке из темного стекла.

5.1.2 Раствор иода концентрации с $(1/2\text{J}_2) = 0,01$ моль/дм³ готовят путем разбавления точно в 10 раз раствора иода концентрации с $(1/2\text{J}_2) = 0,1$ моль/дм³ непосредственно перед употреблением.

5.1.3 Рабочий раствор иода концентрации с $(1/2J_2) = 0,0002$ моль/дм³. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отмеривают точно 2 см³ раствора иода концентрации с $(1/2 J_2) = 0,01$ моль/дм³, очищенной водой доливают до метки и перемешивают.

Раствор необходимо использовать в день приготовления.

5.1.4 Раствор сульфита натрия концентрации с $(1/2 Na_2SO_3) = 0,01$ моль/дм³ готовят из фиксанала или ГСО.

Допускается при необходимости использовать раствор сульфита натрия указанной концентрации, приготовленный из безводного натрия сернистокислого. Для этого навеску 0,63 г безводного натрия сернистокислого растворяют в очищенной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³. Реактив при хранении окисляется, поэтому необходимо установить его титр. Для этого в коническую колбу отбирают определенный объем раствора иода концентрации с $(1/2J_2) = 0,01$ моль/дм³, добавляют 50 см³ очищенной воды и титруют окрашенную жидкость приготовленным раствором сульфита натрия до слабо желтой окраски, после чего к титруемой жидкости приливают 0,2–0,3 см³ крахмального раствора, синюю жидкость дотитровывают раствором сульфита натрия до обесцвечивания.

Титр (T) раствора сульфита натрия определяют по формуле

$$T = 0,01 \cdot \frac{V}{a}, \quad (1)$$

V – объем йода, отмеренный в коническую колбу, см³;

a – расход сульфитного раствора на титрование, см³.

5.1.5 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1%. Размещают 1 г крахмала примерно в 20 см³ очищенной воды и вливают эту жидкость в 80 см³ кипящей очищенной воды. Раствор устойчив в течение 2 суток.

5.1.6 Рабочий раствор сульфита натрия концентрации с $(1/2 Na_2SO_3) = 0,0002$ моль/дм³. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают X см³ раствора сульфита натрия концентрации с $(1/2 Na_2SO_3) = 0,01$ моль/дм³, доливают до метки очищенной водой и перемешивают. Раствор пригоден в день приготовления. Значение X , см³, получают из равенства

$$X \cdot T = 100 \cdot 0,0002.$$

5.2 Подготовка фотоколориметра к работе

Подготовку фотоколориметра к работе проводят в соответствии с «Техническим описанием и инструкцией по эксплуатации», прилагаемыми к прибору.

5.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят одну холстую и шесть эталонных проб.

В семь мерных колб вместимостью каждая по 50 см³ вводят соответственно 0, 1, 2, 3, 4, 5 и 6 см³ рабочего раствора сульфита натрия концентрации 7,68 мкг/см³ доливают приблизительно до 10 см³ очищенной водой, добавляют в каждую колбу точно по 10 см³ рабочего раствора иода концентрации с (1/2 J₂) = 0,0002 моль/дм³, доводят до метки очищенной водой и перемешивают. Через 2 мин измеряют на фотоколориметре оптическую плотность (*A*) этих растворов, установив в приборе светофильтры с областью светопропускания 440 нм, в кюветах длиной 100 мм.

Так как показания оптической плотности возрастают с увеличением дозировки раствора сульфита натрия, то при колориметрировании холстую пробу сравнивают с испытуемыми.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают значения массовой концентрации сульфита в пробах (*c*) в микрограммах, а по оси ординат – отвечающие им значения оптической плотности (*A*). По полученным точкам, пользуясь методом наименьших квадратов, проводят прямую.

6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 В две мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая отбирают определенный объем анализируемой воды, в две другие наливают по 40 см³ очищенной воды. Затем во все колбы вводят по 10 см³ рабочего раствора иода, перемешивают и через 2 мин измеряют оптическую плотность, как при построении градуировочного графика. Массовую концентрацию сульфита в пробе (*c_p*), мкг, находят по градуировочному графику. Массовую концентрацию сульфита, мкг/дм³, вычисляют по формуле

$$c_{\text{SO}_3} = \frac{c_p \cdot 1000}{V}, \quad (2)$$

где *V* – объем воды, взятый для анализа, см³;

c_p – массовая концентрация сульфита, мкг, определенная по градуировочному графику.

6.2 Результат анализа с доверительными границами погрешности *c_A*, мкг/дм³, записывают следующим образом:

$$c_A = c_{\text{SO}_3} \pm 0,1 c_{\text{SO}_3},$$

где *c_{SO₃}* – результат измерения, мкг/дм³.

7 КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Оперативный контроль погрешности (точности)

7.1.1 *Оперативный* контроль погрешности проводят с использованием образцов.

7.1.2 *Образцом* для контроля может служить стандартный раствор сульфита, приготовленный из ГСО водного раствора.

7.1.3 *Концентрацию* сульфита измеряют в образце для контроля; найденное значение c_1 сравнивают со значением аттестованного раствора c_a . Расхождение между ними K_k не должно превышать норматив, установленный для оперативного контроля погрешности K .

7.1.4 *Расхождение* (K_k) между найденным и аттестованным значениями концентрации сульфита в образце для контроля, $\text{мкг}/\text{дм}^3$, определяют по формуле

$$K_k = c_1 - c_a. \quad (3)$$

7.1.5 *Норматив* оперативного контроля погрешности K , $\text{мкг}/\text{дм}^3$, определяют по формуле

$$K = 0,1c_1. \quad (4)$$

7.1.6 *Точность* результатов анализа рабочих проб, полученных за период, в течение которого условия выполнения измерений соответствовали условиям контрольного измерения, считают удовлетворительной, если

$$K_k \leq K.$$

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений записывают в таблицу, форма которой приведена ниже.

Таблица

| Номер п/п | Дата отбора | Точка отбора | Содержание сульфитов |
|--------------|-------------|--------------|-------------------------|
| ... | ... | ... | ... |
| ... | ... | ... | ... |
| ... | ... | ... | ... |
| ... | ... | ... | ... |

Подпись оператора _____

9 ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений с применением настоящей методики следует соблюдать требования к безопасности при работе с химическими реактивами, а также к технике безопасности, указанные в РД 34.03.201 (раздел 3.7.Б «Требования безопасности при работе в химических лабораториях»).

10 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

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

**Приложение А
(обязательное)**

**ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СУЛЬФИТОВ
В ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ВОДАХ**

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

A.2 Составляющие погрешности δ_2 , связанные с подготовкой пробы, от неточного определения объема анализируемой пробы – 0,1 %.

A.3 Составляющие погрешности, связанные с подготовкой растворов для калибровки фотоколориметра:

A.3.1 От неточного определения объема с помощью мерной колбы δ_3 – 0,01 %;

A.3.2 От неточного определения объема с помощью пипетки δ_4 – 0,2 %;

A.3.3 От потери исходного раствора δ_5 за счет остатка его на стенках пипетки не учитываются;

A.3.4 От погрешности исходного раствора δ_6 – 1 %.

A.4 Составляющие погрешности δ_7 , связанные с неточностью определения оптической плотности при калибровке фотоколориметра – 1,3 %.

A.5 Составляющие погрешности, связанные с измерением массовой концентрации сульфитов:

A.5.1 От неточности определения оптической плотности δ_8 – 1,3 %;

A.5.2 От оптической неоднородности пробы δ_9 – 8 %;

A.5.3 От неточности построения калибровочного графика δ_{10} – 0,5 %.

A.6 Предел суммарной относительной погрешности измерения содержаний сульфитов определяется по формуле

$$\delta_{\text{пп}} = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2 + \delta_4^2 + \delta_5^2 + \delta_6^2 + \delta_7^2 + \delta_8^2 + \delta_9^2 + \delta_{10}^2} = \pm 8,3 \text{ %}.$$

С учетом изменений оптических свойств растворов при выполнении измерений принимаем относительную погрешность измерения массовой концентрации, равной 10 %.

Приложение Б
(справочное)

**ПЕРЕЧЕНЬ НОРМАТИВНЫХ ДОКУМЕНТОВ,
НА КОТОРЫЕ ИМЕЕТСЯ ССЫЛКА В ОСТ 34-70-953.29-00**

| Обозначение НД | Наименование НД | Номер пункта, под-пункта, на который дана ссылка |
|--------------------|--|--|
| 1 | 2 | 3 |
| ГОСТ 4166-76 | Натрий сернистокислый. Технические условия | 2 |
| ГОСТ 4212-76 | Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического, нефелометрического и других видов анализа | 3 |
| ГОСТ 4517-87 | Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реагентов и растворов, применяемых при анализе | 3 |
| ГОСТ 10163-76 | Крахмал растворимый. Технические условия | 2 |
| ГОСТ 24104-88 | Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия | 2 |
| ГОСТ 25336-82 | Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры | 2 |
| ГОСТ 29227-91 | Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования | 2 |
| ОСТ 34-70-953.1-88 | Воды производственные тепловых электростанций. Метод отбора проб | 4 |
| ОСТ 34-70-953.2-88 | Воды производственные тепловых электростанций. Метод приготовления очищенной воды | 4 |

Окончание приложения Б

| 1 | 2 | 3 |
|-----------------|--|---|
| РД 34.03.201-97 | Правила техники безопасности при эксплуатации тепломеханического оборудования электростанций и тепловых сетей (М.: ЭНАС, 1997) | 4 |
| ТУ 6-09-2540-87 | Стандарт-титры (фиксаналы, нормадозы) | 2 |

Содержание

| | |
|--|----|
| 1 ОСТ 34-70-953.27-99 «Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения прозрачности» | 1 |
| 2 ОСТ 34-70-953.28-00 «Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения стабильности» | 9 |
| 3 ОСТ 34-70-953.29-00 «Воды производственные тепловых электростанций. Методика выполнения измерений массовой концентрации сульфитов» | 17 |

Редактор *Л.М. Мальцева*
Технический редактор *И.Р. Шанто*
Корректор *Н.Н. Клюева*
Компьютерная верстка *Е.В. Беспалова*

Подписано в печать 03.06.02. Формат 60×90¹/16.
Печ. л. 1,75. Тираж 750 экз. Заказ № 130.

ПМБ ВТИ. 115280, Москва, ул. Автозаводская, 14/23