

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

Воды производственные
тепловых электростанций.
Метод определения
свободной угольной кислоты
ОКСТУ 2109

ОСТ 34-70-953.21-91

Дата введения с 01.07.92

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает методы определения свободной угольной кислоты в Н-катионированной воде до и после дехарбонизатора, в обессоленной воде, в конденсате пара, в питательной после деаэрации и грунтовых водах.

Метод основан на количественном переводе угольной кислоты (CO_2) в ионы (HCO_3^-) при титровании пробы щелочью до $pH = 8,4$ в присутствии индикатора фенолфталеина.

Чувствительность метода - 1 мг/л CO_2 .

I. ОТБОР ПРОБ

I.I. Для питательной воды после деаэрации и конденсатов пара с концентрацией свободной угольной кислоты менее 2 мг/лг

Издание официальное

© ВТИ им.Ф.Э.Дзержинского, 1991

Для отбора пробы собирают прибор, показанный на черт. I. Колбу I присоединяют трубкой 2 к отборной точке и заполняют колбу I анализируемой водой, давая ей выливаться через трубку (5) в дренаж, пока через прибор не протечет шесть-семь объемов воды (черт. Ia). После этого зажимы (3) и (6) закрывают и переносят колбу в лабораторию, где присоединяют колонку Фрезениуса (7), заполненную аскаритом (черт. IB). Затем, открыв зажимы (3) и (6), сливают анализируемую воду из колбы (I) до уровня, отмечющего объем 1000 см³.

I.2. Для воды природной и после декарбонизатора с концентрацией свободной угольной кислоты в пределах от 2 до 15 мг/кг (CO_2).

Отбор проб выполняется в соответствии с черт. 2.

В ведро (1) помещают тарированный сосуд (2) вместимостью 250 см³, в который опущена стеклянная трубка (3), соединенная резиновой трубкой с отборным штуцером (4). Через сосуд пропускают анализируемую воду, пока уровень ее не повысится на 5-10 см выше сосуда. После этого осторожно вынимают стеклянную трубку, не прекращая поступления воды, сосуд закрывают пробкой которая должна находиться под слоем воды в ведре, закрытый суд вынимают из ведра и переносят в лабораторию.

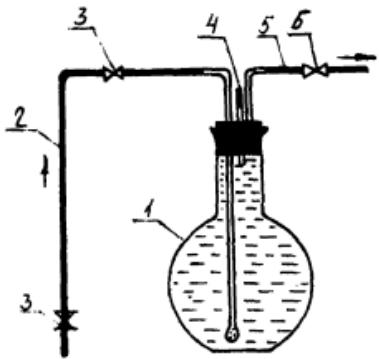
I.3. Для Н-катионированной и грунтовой вод, содержащих более 10 мг/кг (CO_2).

Отбор проб выполняется по п. I.I.

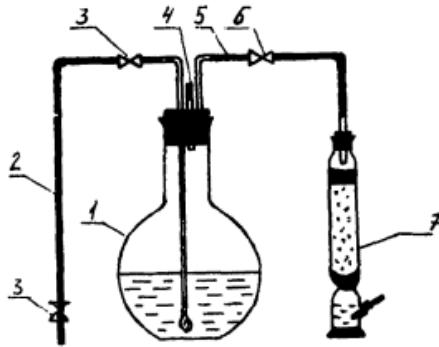
2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

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

Отбор пробы для анализа



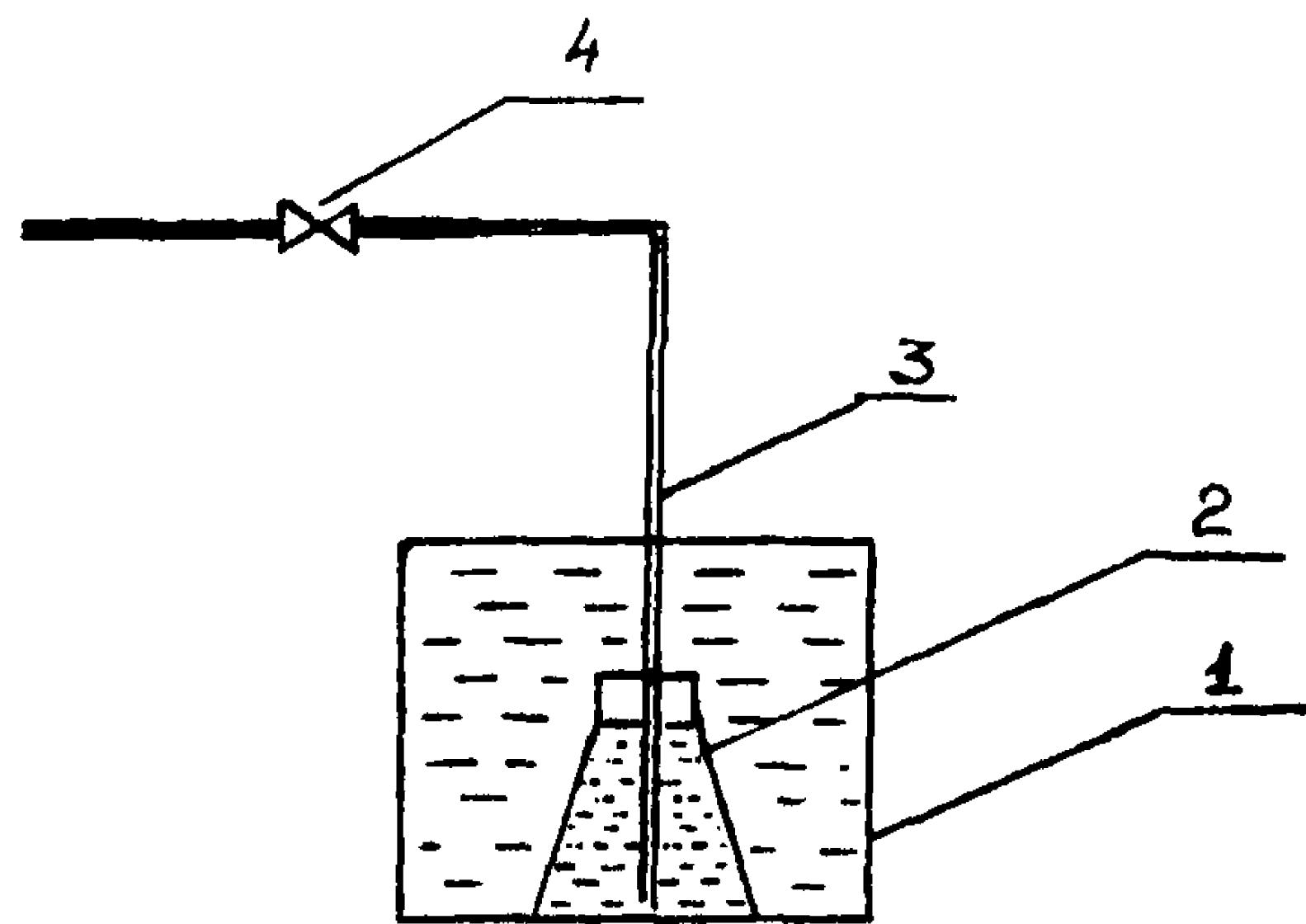
А - у пробоизаборного
устройства



Б - в лаборатории

Черт 1

C.4 OCT. 34. NC-95321-91



Reflux

28

Микрокомпрессор МК-1.

Боретки - по ГОСТ 20292 вместимостью 10 и 25 см³.

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

Колбы мерные - по ГОСТ 1770, вместимостью 250, 500 и 1000 см³.

Колбы конические с пришлифованными пробками - по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см³.

Колбы круглодонные или конические по ГОСТ 25336, вместимость 1500 и 2000 см³.

Комокка Фрезениуса.

Натрия гидроокись - по ГОСТ 4328.

Бария гидроокись - по ГОСТ 4107.

Кислота соляная - по ГОСТ ЗИ18.

Метиловый оранжевый - по ТУ 6-09-4530.

Трубки хлоркальциевые - по ГОСТ 25336.

Спирт этиловый ректифицированный технический - по ГОСТ 18300.

Вода очищенная - по ОСТ 34-70-953.2.

Аскарит - по ТУ 6-09-4128.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

3.1. Приготовление рабочих растворов

3.1.1. Раствор натрия гидроокиси концентрации с $(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ готовят и хранят по ГОСТ 4919.2.

3.1.2. Раствор соляной кислоты концентрации с $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ готовят и хранят по ГОСТ 4919.2.

3.1.3. Раствор индикатора метилового оранжевого с массовой долей 0,1% готовят и хранят по ГОСТ 4919.2.

3.1.4. Раствор индикатора фенолфталеина с массовой долей 1% готовят и хранят по ГОСТ 4919.2.

3.1.5. Насыщенный раствор бария гидроокиси. Его растворимость сильно зависит от температуры. Растворимости и щелочности для температур от 10 до 40°C представлены в табл. I.

Таблица I

Температура, °C	10	20	30	40
Растворимость $Ba(OH)_2$, г/дм ³	24,8	38,9	55,9	82,2
Растворимость $Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$, г/дм ³	45,66	71,02	102,92	151,34
Щелочность насыщенного раствора, мг-экв/дм ³	289,47	454,04	652,47	959,44

Насыщенный раствор готовят, всыпая 10-12 г в 100 см³ очищенной воды и периодически взбалтывая. Насыщение протекает в течение нескольких часов. Раствор должен находиться в хорошо закрытом сосуде. Затем оставляют раствор до полного его осветления. Раствор устойчив. Хранят хорошо защищенным от доступа углекислоты.

3.1.6. Рабочий раствор барита с щелочностью 10 мг-экв/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ отбирают пипеткой 20 см³ полностью осветившегося насыщенного раствора и доливают до метки очищенной водой, предварительно освобожденной от растворенной углекислоты кипячением. Тщательно перемешивают. Раствор хранят хорошо защищенным от доступа углекислоты, ис-

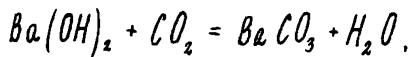
пользуя хлоркальциевые трубы, заполненные аскаритом.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Для вод, содержащих менее 2 мг/кг (CO_2) , необходимо концентрирование анализируемой пробы, отобранный по п. I.I, с помощью прибора, показанного на черт. 3.

Колбу (1), снабженную плотной резиновой пробкой с двумя отверстиями, присоединяют к двум последовательно включенным поглотителям (3) и (4) и микрокомпрессору (2). Вместимость колбы (1) до 2000 см³, колб (3) и (4) по 250 см³ каждой. Пробки у всех колб должны быть плотными, обеспечивающими полную герметичность системы. Такими же плотными должны быть и все соединения элементов установки. Микрокомпрессор должен быть включен таким образом, чтобы при его работе обеспечивалось движение воздуха в указанном стрелками направлении.

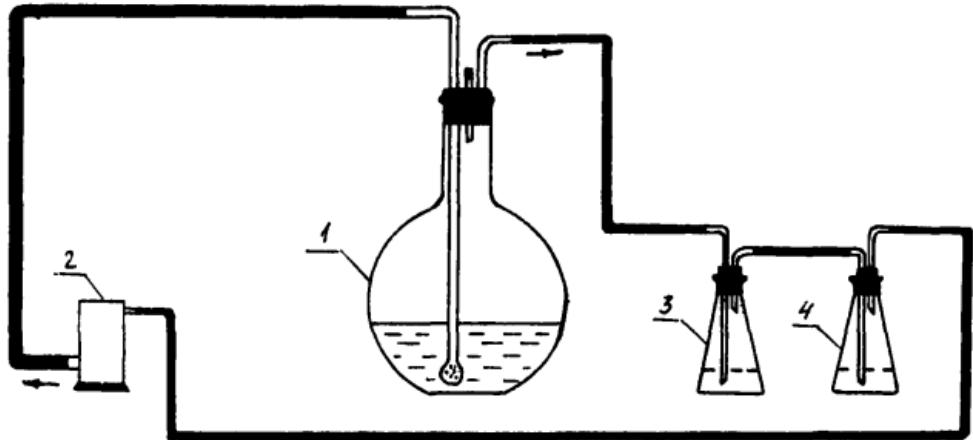
В поглотители (3) и (4) отмеривают по 25 см³ рабочего раствора барита и соединяют все элементы установки. Включают микрокомпрессор, что вызывает барботаж циркулирующего воздуха через все три колбы. При этом из анализируемой воды выделяется растворенная двуокись углерода, переносится потоком воздуха в приемники (3) и (4), где и поглощается баритом:



Микрокомпрессор должен работать, осуществляя циркуляцию воздуха в приборе, в течение 2-3 часов, после чего его отключают, прибор разбирают, а избыток барита в колбах (3) и (4) оттитровывают раствором соляной кислоты. С этой целью стенки колб и концы погруженных трубочек тщательно обмывают очищенной

Прибор для определения малых количеств
углекислоты

С 8 ОКТ 34-40-953 21-91



Черт 3

водой, приливают в каждую колбу по 3-5 капель раствора фенолфталеина и окрашенные в красный цвет жидкости оттитровывают раствором соляной кислоты концентрации с $(HCl) = 0,1$ моль/дм³ до исчезновения розовой окраски раствора.

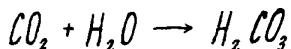
4.2. Для вод, отбор пробой которой выполнялся по п. I.2.

В коническую колбу вливают 5 см³ раствора натрия гидроокиси концентрации с $(NaOH) = 0,1$ моль/дм³, 3-5 капель индикатора фенолфталеина и осторожно переливают туда же отобранный пробу, перемешивают, жидкость, окрашенную в красный цвет, титруют раствором соляной кислоты концентрации с $(HCl) = 0,1$ моль/дм³ до полного исчезновения красного цвета.

4.3. Для вод, содержащих более 10 мг/кг (CO_2) с отбором проб по п. I.I.

4.3.1. Воды, не содержащие свободных минеральных кислот.

Освобождают от пробки отверстие (4) черт. I6, вносят через него 3-5 капель раствора фенолфталеина и, вставив в него биретку, титруют жидкость раствором натрия гидроокиси концентрации с $(NaOH) = 0,1$ моль/дм³ до появления слабого розового окрашивания. Появляющаяся розовая окраска быстро исчезает. Это обусловлено медленностью процесса гидратации (CO_2) , т.е. протеканием реакции



Для того, чтобы дать время закончиться этой реакции и выжидают 2-3 мин после появления окраски. Устойчивость ее служит свидетельством окончания процесса. Отмечают расход раствора натрия гидроокиси концентрации с $(NaOH) = 0,1$ моль/дм³ до достижения отчетливой не исчезающей окраски индикатора.

4.3.2. Воды, содержащие свободные минеральные кислоты

В отобранную пробу, после окончания ее титрования по п. 4.3.1, через отверстие (4) вносят 3-5 капель индикатора метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты концентрации с $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ жидкость, окрашенную в желтый цвет до изменения окраски в оранжевую.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Концентрацию свободной угольной кислоты (CO_2) в миллиграммах на килограммы, определенную по п. 4.1, вычисляют по формуле

$$(\text{CO}_2) = 2,2 (2a_1 - a_3 - a_4),$$

где a_1 - расход раствора соляной кислоты концентрации с $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ на титрование 25 см^3 рабочего раствора барита, отобранных для поглотителей (3) и (4) и оттитрованных в присутствии индикатора фенолфталеина, см^3 ;

a_3 и a_4 - расход раствора соляной кислоты концентрации с $(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ на титрование остаточного количества барита в поглотителях (3) и (4), см^3 ;

2,2 - десятая часть эквивалентной массы (CO_2) в данной реакции.

5.2. Концентрацию свободной угольной кислоты (CO_2), определенную по п. 4.2 в миллиграммах на килограммы, вычисляют по формуле

$$(\text{CO}_2) = \frac{(5 - a) \cdot 4,4}{V},$$

где a - расход раствора соляной кислоты на титрование остатка щелочи, с индикатором фенолфталеин, cm^3 ;

$4,4$ - десятая часть эквивалентной массы (CO_2) в данной реакции;

V - объем тарированного сосуда (2), cm^3 .

5.3. Концентрацию свободной угольной кислоты (CO_2) , определенную по п. 4.3.1 и п. 4.3.2 в миллиграммах на килограмм, вычисляют по формулам

$$(\text{CO}_2) = a \cdot 4,4,$$

$$(\text{CO}_2) = a_1 \cdot 4,4,$$

где a - расход раствора натрия гидроксида на титрование пробы, с индикатором фенолфталеином, cm^3 ;

a_1 - расход раствора соляной кислоты на титрование пробы с индикатором метиловым оранжевым, cm^3 ;

$4,4$ - десятая часть эквивалентной массы (CO_2) в данной реакции.

Суммарная погрешность результата определения свободной угольной кислоты методом концентрирования с доверительной вероятностью $P = 0,95$ указаны в табл. 2, а методом прямого титрования в табл. 3.

Таблица 2

Масса угольной кислоты (CO_2) , мг/кг	I	5	7	10
Суммарная погрешность, %	±50	±30	±20	±10

Таблица 3

Масса угольной кислоты (CO_2) , мг/кг	10	15	20	25	30
Суммарная погрешность, %	±15	±12	±10	±7	±5

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ Министерства энергетики и электрификации СССР от 20.09.91 № 10Са
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 № 8435620 от 21.10.91
4. Срок первой проверки - 1997 г., периодичность проверки - 5 лет.
5. ВВЕДЕН ВНЕРВЬЕ
6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисление приложений
ГОСТ 1770-74	2
ГОСТ 3118-77	2
ГОСТ 4107-78	2
ГОСТ 4328-77	2
ГОСТ 49192-77	2; 3.1.1; 3.1.2; 3.1.3; 3.1.4
ГОСТ 18300-87	2
ГОСТ 20292-74	2
ГОСТ 24104-88	2
ГОСТ 25336-82	2
ОСТ 34-70-953.2-88	2
ТУ 6-09-4128-88	2
ТУ 6-09-4530-77	2
ТУ 6-09-5360-87	2

издание с Изменением № 1(утв.приказом министерства СССР "136а от 06.12.91"

С.14 ОСТ 34-70-953.21-91

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

ОСТ 34-70-953.21-91

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

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ОСТ 34-70-953.19-91	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения ЭДТА и ее солей	I
ОСТ 34-70-953.20-91	Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения сульфатов	I3
ОСТ 34-70-953.21-91	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения свободной угольной кислоты.....	25

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