

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ

ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.

ОСТ 34-70-953.22-92

Метод определения

нитратов

ОКСТУ 0109

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает фотометрический метод определения нитратов (NO_3) в питательной и котловой водах барабанных котлов.

Сущность метода состоит во взаимодействии салициловой кислоты в присутствии концентрированной серной с нитратами, при этом образуется нитросалициловая кислота, щелочные растворы которой окрашены в желтый цвет.

Чувствительность метода - 5 мкг нитратов в пробе.

Метод может быть использован при анализе производственных вод атомных электростанций.

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.1-88.

Издание официальное

© ВТИ, 1993

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотоколориметр типа КФК-2 или аналогичного типа с набором кювет толщиной поглощающего свет слоя до 100 мм или спектрофотометр.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 II класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Водяная баня.

Чашки фарфоровые вместимостью 50 см³ по ГОСТ 9147.

Колбы мерные - по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 см³.

Колбы конические - по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммиак водный по ГОСТ 3760. Раствор с массовой долей 10% и 25%.

Кислота салициловая.

Натрий салициловокислый.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Серебро сернокислое с массовой долей 0,5%.

Алюминий сернокислый по ГОСТ 3758 с массовой долей 15%.

Вода очищенная по ГОСТ 34-70-953.2.

Стекланные палочки.

3. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

3.1. Если анализируемая проба содержит более 0,5 мг/дм³ хлоридов, ее предварительно обрабатывают, осаждая хлориды сульфатом серебра.

Мутные и окрашенные воды осветляют, прибавляя к пробе 1,0-1,5 см³ раствора сульфата алюминия с массовой долей 15%, после перемешивания по каплям прибавляют раствор аммиака с массовой долей 10% до pH = 6,0 по pH-метру.

Если воды мутные и содержат хлориды, обработку начинают с осаждения хлоридов.

4. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

4.1. Приготовление рабочих растворов

4.1.1. Для приготовления салицилового реактива в мерную колбу вместимостью 1000 см³ отвешивают 10 г натрия салицилового и 1 г салициловой кислоты, растворяют в очищенной воде, после растворения доливают колбу до метки и перемешивают. Раствор устойчив. Хранят в склянке с пробкой.

4.1.2. Раствор сернокислого серебра с массовой долей 0,5%. Растворяют 0,5 г сернокислого серебра в 100 см³ очищенной воды. Раствор хранят в темной склянке и в темном месте.

4.1.3. Раствор сернокислого алюминия с массовой долей 15%. Растворяют 15 г $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ в 85 см³ очищенной воды. Раствор устойчив. Хранят в склянке с притертой пробкой.

4.1.4. Раствор аммиака с массовой долей 10% готовят разбавлением аммиака с массовой долей 25% в 2,5 раза. Раствор устойчив. Хранят в стеклянном или полиэтиленовом сосуде.

С.4 ОСТ 34-70-953.22-92

4.2. Приготовление стандартного раствора

4.2.1. Для приготовления стандартного раствора, содержащего 100 мг/дм^3 , в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 отвешивают $0,1630 \text{ г}$ азотнокислого калия, предварительно высушенного до постоянного веса при температуре $105-110^\circ\text{C}$, и растворяют в небольшом количестве очищенной воды, затем объем колбы доводят той же водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив.

4.3. Построение градуировочного графика

В несколько фарфоровых чашек отмеривают $1, 2, 5$ и 10 см^3 стандартного раствора, содержащего $100 \text{ мкг/см}^3 \text{ NO}_2$, что соответствует $100, 200, 500$ и 1000 мкг NO_2 . В одну чашку стандартный раствор не отмеривают. Затем в чашки добавляют по 1 см^3 салицилового раствора и на водяной бане выпаривают жидкость досуха. После охлаждения в каждую чашку вводят по 1 см^3 концентрированной серной кислоты, растирая осадок с кислотой стеклянными палочками, добиваясь полного смачивания кислотой всех участков чашки, где находился раствор. Через 10 мин содержимое чашек разбавляют очищенной водой примерно до $5-7 \text{ см}^3$, приливают по 10 см^3 раствора аммиака с массовой долей 25% , хорошо перемешивают при помощи тех же стеклянных палочек и переливают жидкости, которые должны резко лахнуть аммиаком, в мерные колбы, вместимостью по 50 см^3 . Чашки обмывают очищенной водой, которую сливают в те же колбы. Затем объемы колб доводят до меток очищенной водой, тщательно перемешивают и измеряют оптические плотности (A_{λ} и A) окрашен-

ных растворов со светофильтрами с областью светопропускания 400 нм в кюветках 50 мм. Сравнение ведут с дистиллированной водой.

Для каждой концентрации готовят три-четыре параллельных пробы. Результаты используют для вычисления среднего арифметического, если расхождения между ними не превышают 0,02 по шкале оптической плотности. Для построения градуировочного графика откладывают по оси абсцисс введенные количества нитратов (мкг), а по оси ординат - отвечающие им показания оптических плотностей (А) минус контрольные значения, т.е. (А-А_к). По полученным точкам проводят прямую по методу наименьших квадратов (приложение I) ОСТ 34-70-953.3.

Допускается вычисление результатов с помощью множителя, который является средним арифметическим значением величин, определенных по формуле

$$K = \frac{C}{A - A_k},$$

где С - содержание нитратов, мкг, в пробе;

А - соответствующая этому количеству оптическая плотность;

А_к - среднеарифметическое значение оптической плотности контрольных растворов.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Если в анализируемой воде содержатся мешающие примеси, то ее обрабатывают по п. 3.1, а после этого выполняют определение нитратов. Для этого в фарфоровую чашку отбирают от 10 до 250 см³ пробы в зависимости от содержания нитратов, приливают 1 см³ салицилового раствора и выпаривают на водяной бане досуха. Затем осадок смачивают 1 см³ концентрированной серной

С.6 ОСТ 34-70-953.22-92

кислоты, тщательно растирая с ней осадок. После охлаждения разбавляют очищенной водой до 5-7 см³, приливают 10 см³ аммиака с массовой долей 25%, жидкость переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки очищенной водой, хорошо перемешивают и измеряют оптическую плотность (A_x) окрашенного раствора со светофильтрами с областью светопропускания 400 нм в кюветах 50 мм, сравнивая с дистиллированной водой.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Пользуясь градуировочным графиком, находят содержание нитратов в колориметрируемой пробе. Для этого из оптической плотности раствора пробы (A_x) вычитают оптическую плотность контрольного раствора (A_k). Полученную разность ($A_x - A_k$) находят по оси ординат и по ней содержание нитратов (C_p) в пробе.

Концентрацию нитратов (NO_3) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(NO_3) = \frac{C_p}{V}$$

где C_p - содержание нитратов в пробе, мкг;

V - объем пробы воды, отобранной для анализа, см³.

Суммарная погрешность результата определения нитратов с доверительной вероятностью $P = 0,95$ указана в таблице.

Содержание нитратов (NO_3) в пробе, мкг	10	50	100	500
Суммарная погрешность определения, %	15	10	9	7

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Минтопэнерго РФ от 30.II.92 № 189а
2. ИСПОЛНИТЕЛИ Ю.М.Кострякин, д.т.н., Н.М.Калинина, О.М.Штерн, С.Ю.Петрова, В.В.Шведова, Г.К.Корицкий, Л.Н.Федешева (ВТИ)
3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН в Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 8437255 от 28.II.92
4. Срок первой проверки - 1998 г., периодичность проверки - 5 лет.
5. ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М.: СПО Союзтехэнерго, 1979) в части определения нитратов (раздел 23)
6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления приложений
ГОСТ 1770-74	2
ГОСТ 3758-89	2
ГОСТ 3760-73	2
ГОСТ 4204-77	2
ГОСТ 4217-77	2
ГОСТ 9147-80	2
ГОСТ 1292-74	2
ГОСТ 24104-88	2
ГОСТ 25336-82	2
ОСТ 34-70-953.1-88	1
ОСТ 34-70-953.2-88	2

Печ. л. 3,25. Тираж 1000 экз. Заказ № 111