

УДК 628.1.034:543.06

Группа Л19

О Т Р А С Л Е В О Й С Т А Н ДАРТ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ
ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.
Метод определения ЭДТА
и ее солей
ОКСТУ 2Л09

ОСТ 34-70-953.19-91

Дата введения с 01.07.92

Настоящий стандарт распространяется на производственные
воды тепловых электростанций и устанавливает фотометрический
метод определения общего содержания этилендиаминтетрауксусной
кислоты (ЭДТА) и ее солей в питательных и котловых водах ба-
ранных котлов.

Сущность метода заключается в фотометрическом измерении
избытка никеля, не связанного в ЭДТА-комплексе.

Чувствительность метода - 1 мкг в пробе.

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.1 .

Издание официальное

© ВТИ им. Э.Э.Дзержинского, 1991

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.

Стаканы В-1250 ТХС по ГОСТ 25336.
Колбы мерные по ГОСТ I770. вместимостью 50, 250, 600 и 1000 см³.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³.
Баллончики - по ГОСТ 20292 вместимостью 5, 10, 25 и 50 см³.

Цилиндры - по ГОСТ I770 вместимостью 50 и 100 см³.
Кислота серная - по ГОСТ 4204.
Нидель сернокислый - по ГОСТ 4465.

Калий натрий бинокислый (сегнетова соль) - по ГОСТ 5845.

Натрия гидроокись - по ГОСТ 4328 , раствор с массовой долей 25% и 5%.

Аммоний надсернокислый (персульфат аммония) - по ГОСТ 20478 , раствор с массовой долей 3%.

Аммоний хлористый - по ГОСТ 3773 , с массовой долей 20%.
Диметилтиоксид - по ГОСТ 5828 , раствор с массовой долей 1%.

Аммиак водный - по ГОСТ 24147.
Соль динатричная этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) - по ГОСТ 10652 , раствор с (у - Н₂ - Н₂ТТА) = 0,06 моль/дм³.

Лурексид (индикатор).
 Магний сернокислый, фиксанал - по ТУ 6-09-2540
 Трилон Б, фиксанал - по ТУ 6-09-2540.
 Хром. кислотный темносиний индикатор - по ТУ 6-09-3870.
 Спирт этиловый ректифицированный технический - по
 ГОСТ 18300.
 Вода дистиллированная - по ГОСТ 6709.
 Вода очищенная - по ОСТ 34-70-953.2.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

3.1. Приготовление рабочих растворов

3.1.1. Раствор калий-натрий виннокислый с массовой долей 20%. Растворяют 20 г соли в 80 см³ очищенной воды. Раствор устойчив в течение двух недель при хранении в холодильнике.

3.1.2. Раствор аммония надсернокислого (персульфата аммония) с массовой долей 3%. Растворяют 3 г соли в 97 см³ очищенной воды. Раствор устойчив в течение суток.

3.1.3. Раствор натрия гидрооксида с массовой долей 5%. Растворяют 5 г реактива в 95 см³ очищенной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде. Раствор устойчив.

3.1.4. Раствор диметилглиоксами с массовой долей 1%. Растворяют 1 г реактива в 99 см³ раствора натрия гидрооксида с массовой долей 5%. Хранят в холодильнике в течение месяца в склянке из темного стекла.

3.1.5. Раствор амплака с массовой долей 10%. Готовят разбавлением амплака с массовой долей 25% в 2,5 раза. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

3.І.6. Раствор хлористого аммония с массовой долей 20%.

Растворяют 20 г соли в 80 см³ очищенной воды. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

3.І.7. Аммиачный буферный раствор. В мерную колбу вместимостью 1000 см³ отмеривают 80 см³ раствора водного аммиака с массовой долей 25% и 100 см³ хлористого аммония с массовой долей 20%, доливают до метки очищенной водой и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

3.І.8. Индикатор хром темносиний. Растворяют 0,5 г индикатора в 20 см³ аммиачного буферного раствора и доливают этиловым спиртом до 100 см³. Раствор хранят в течение месяца в хорошо закрывающейся склянке.

3.І.9. Раствор трилона Б концентрации с ($\text{Mg}-\text{ЭДТА}$) = = 0,05 моль/дм³ (0,05 м) готовят из факсанала или растворяют 18,613 г этой соли в очищенной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³. После растворения доливают очищенной водой до метки и перемешивают. Если раствор приготовлен из навески, то необходимо установить его титр по раствору сернокислого магния, приготовленного по п. 3.І.10. Для этого в три конические колбы пипеткой отбирают по 5 или 10 см³ раствора магния, в каждую порцию доливают очищенную воду примерно до 100 см³, приливают по 5 см³ аммиачной смеси, вводят 5 капель индикатора хром темносинего и титруют приготовленным раствором трилона Б, молярность (M_{pp}) которого вычисляют по формуле

$$M_{pp} = 0,1 \cdot A_{MgSO_4} : A_{pp}$$

где A_{pp} - расход раствора трилона Б на титрование, см³;

A_{MgSO_4} - объем раствора сернокислого магния, взятый для титро-

вания, см³;

2 - пересчет нормальности в молярность.

Раствор устойчив при хранении в хорошо закрывающейся склянке.

3.1.I0. Раствор сернокислого магния концентрации с ($I/2 \text{MgSO}_4$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н) готовят из фиксанала.

Раствор устойчив, хранят в склянке с закрывающейся пробкой.

3.1.II. Аммиачная смесь. Смешивают 100 см³ раствора аммиака с массовой долей 20% со 100 см³ раствора хлористого аммония с массовой долей 20% в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доливают очищенной водой до метки и перемешивают. Смесь устойчива при хранении в полиэтиленовом сосуде с закрывающейся крышкой.

3.2. Приготовление основных и стандартных растворов

3.2.I. Основной раствор никеля (Ni) примерно концентрации ($I/2 \text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) = 0,01 моль/дм³ готовят, растворяя в мерной колбе вместимостью 1000 см³ 2,8 г $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ в очищенной воде, подкисленной 10 см³ концентрированной серной кислоты. Если раствор мутный, его необходимо профильтровать. Для точного определения концентрации основного раствора в три конические колбы вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой по 20 см³ раствора никеля, доливают до 100 см³ очищенной водой в каждую колбу, добавляют раствор аммиака с массовой долей 10% до слабого запаха, вносят несколько крупинок мурексида и титруют окрашенную в желтый цвет жидкость раствором трилона Б концентрации с ($\text{ДМ}-\text{Ни}-\text{ЭДТА}$) = 0,05 моль/дм³ до изменения окраски в красно-фиолетовую.

Концентрацию никеля (C_{Ni}) в миллиграммах на килограмм

вычисляют по формуле

$$C_{\text{нк}} = \frac{a \cdot 0,05 \cdot 58,71}{V} \cdot 10^3 ,$$

где a - расход трилона Б, см^3 ;

0,05 - молярность раствора трилона Б концентрации с

(мк-Ме -ЭДТА) = 0,05 моль/дм³;

58,71 - атомная масса никеля;

V - объем основного раствора, взятого для определения, см^3 .

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допустимые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 см³ трилона Б.

3.2.2. Стандартный раствор, концентрация I мг/кг никеля готовят двойным разбавлением основного раствора.

Сначала готовят раствор концентрации 10 мг/кг Ni . Для этого в мерную колбу вместимостью 1000 см³ отбирают объем основного раствора, равный (1000·10): $C_{\text{нк}}$, доливают до метки очищенной водой и перемешивают.

Разбавив полученный раствор точно в 10 раз, получим стандартный раствор концентрации I мг/кг Ni . Раствор неустойчив, пригоден только в день приготовления.

3.2.3. Основной раствор ЭДТА концентрации 100 мг/кг готовят из раствора трилона Б концентрации с (мк-Ме -ЭДТА) = = 0,05 моль/дм³, приготовленного по п. 3.1.9.

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ отмеривают пипеткой точно 6,85 см³ раствора, приготовленного по п. 3.1.9, доливают очищенной водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

3.2.4. Стандартный раствор концентрации I мг/кг ЭДТА.

Готовят разбавлением основного раствора ЭДТА в 100 раз. Раствор неустойчив, пригоден только в день приготовления.

3.3. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 50 см³ отбирают I, 2, 5, 7, 10, 15 см³ стандартного раствора ЭДТА концентрации I мг/кг и по 5 см³ стандартного раствора никеля концентрации I мг/кг. Одновременно готовят контрольную пробу, содержащую 5 см³ никеля, но не содержащую ЭДТА. Жидкости перемешивают и через 5 мин вливают последовательно в каждую колбу 5 см³ сегнетовой соли, 4 см³ раствора натрия гидроокиси, 5 см³ раствора персульфата аммония, 1 см³ щелочного раствора диметилглиоксина, доливают очищенной водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность (*A*) каждого окрашенного раствора со светофильтрами областю светопропускания 440 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 100 мм относительно контрольной пробы, окраска которой имеет более яркий цвет. Выполняют не менее 3 параллельных определений для каждой концентрации, расхождения между которыми не должны превышать 0,005 единиц оптической плотности.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают содержание ЭДТА в пробах (мкг), а по оси ординат соответствующие им значения оптической плотности (*A*). По полученным точкам проводят прямую по методу наименьших квадратов (приложение I) ОСТ 34-70-953.3.

Допускается вычисление результатов с помощью множителя (*K*), определяемого по формуле

$$K = \frac{m}{A} ,$$

где m - масса ЭДТА в пробе, мкг;

A - среднее значение оптической плотности, соответствующее этой массе.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В мерную колбу, вместимостью 50 см³ вносят не более 25 см³ анализируемой воды, добавляют 5 см³ стандартного раствора никеля. Выдерживают 5 мин, добавляют 5 см³ раствора сегнетовой соли, 4 см³ раствора натрия гидроокиси, 5 см³ раствора персульфата аммония, 1 см³ щелочного раствора диметилглиоксамина, доливают очищенной водой до метки, тщательно перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемой пробы (A_x) в соответствии с п. 3.3.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массу ЭДТА в анализируемой пробе находят по градуировочному графику или по формуле $m = K \cdot A_x$ (п. 3.3.).

Концентрацию ($C_{\text{ЭДТА}}$) в микрограммах на килограмм вычисляют по формуле

$$(C_{\text{ЭДТА}}) = \frac{m}{V} \cdot 10^3 ,$$

где m - масса ЭДТА в пробе, мкг;

V - объем анализируемой воды, см³.

Суммарная погрешность результата определения ЭДТА и ее солей с доверительной вероятностью $P = 0,95$ указаны в таблице.

Масса ЭДТА в пробе, мкг	1	2	4	6	8	10
Суммарная погрешность определения, %	±30	±20	±15	±10	±5	±3

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ Министерства энергетики
и электрификации СССР от 20.09.91 № 100а

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)

ЗАРЕГИСТРИРОВАН в Центральном государственном фонде стандартов
и технических условий за № ~~0435609~~ от 21.10.91

Срок первой проверки - 1997 г., периодичность проверки - 5 лет.
ВВЕДЕN ВШЕРЬБЫ.

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначения НТД, на которые ссыка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 1770-74	2
ГОСТ 3773-72	2
ГОСТ 4204-77	2
ГОСТ 4328-77	2
ГОСТ 4465-74	2
ГОСТ 5828-77	2
ГОСТ 5845-79	2
ГОСТ 6709-72	2
ГОСТ 10652-73	2
ГОСТ 18300-87	2
ГОСТ 20292-74	2
ГОСТ 20478-75	2
ГОСТ 24104-88	2
ГОСТ 24147-80	2

ОСТ 34-70-953.І9-91 С.ІІ

<u>Обозначение НТД, на которые ссылка</u>	<u>Номер пункта, подпункта, перечисление приложений</u>
ГОСТ 25336-82	2
ОСТ 34-70-953.І-88	I
ОСТ 34-70-953.2-88	2
ОСТ 34-70-953.3-88	3.3
ТУ 6-09-2540-72	2
ТУ 6-09-3870-75	2

С.И2 ОСТ 34-70-953.І9-91

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

ОСТ 34-70-953.І9-91

Номер изме- нения	Номер листа (страницы) изме- нен- ного	заме- нен- ного	ново- го	анну- лиро- ван- ного	Номер доку- мента	Подпись	Дата введения изменений

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.