

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.

ОСТ 34-70-953.19-91

Метод определения ЭДТА
и ее солей
ОКСТУ 2109

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 барабанных котлов.

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

Чувствительность метода - 1 мкг в пробе.

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.1 .

Издание официальное

© ВТИ им. Л.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.

Бесы 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 1770. вместимостью 50, 250, 600 и 1000 см³.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³.

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

Цилиндры - по ГОСТ 1770 вместимостью 50 и 100 см³.

Кислота серная - по ГОСТ 4204.

Никель сернокислый - по ГОСТ 4465.

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

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

Аммоний надсернокислый (персульфат аммония) - по ГОСТ 20476, раствор с массовой долей 3%.

Аммоний хлористый - по ГОСТ 3773, с массовой долей 20%.

Диметилглиоксим - по ГОСТ 5828, раствор с массовой долей 1%.

Аммиак водный - по ГОСТ 24147.

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) - по ГОСТ 10652, раствор с (μ -Na-ЭТА) = 0,05 моль/дм³.

Мурексид (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 ректификованный 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 гидроокиси с массовой долей 5%. Растворяют 5 г реактива в 95 см³ очищенной воды. Хранят в полиэтиленовой посуде. Раствор устойчив.

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

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

3.1.6. Раствор хлористого аммония с массовой долей 20%. Растворяют 20 г соли в 80 см³ очищенной воды. Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

3.1.7. 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.

3.1.8. 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.

3.1.9. Раствор трилона Б концентрации с ($\mu\text{г}-\text{Ca}-\text{ЭЦТА}$) = 0,05 моль/дм³ (0,05 м) готовят из фиксанала 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. 3.1.10. 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 ($M_{\text{тр}}$) которого вычисляют по формуле

$$M_{\text{тр}} = 0,1 \cdot A_{\mu\text{г Mg}} : A_{\text{тр}}$$

где $A_{\text{тр}}$ - расход раствора трилона Б на титрование, см³;

$A_{\mu\text{г Mg}}$ - объем раствора сернокислого магния, взятый для титро-

вания, см³;

2 - пересчет нормальности в молярность.

Раствор устойчив при хранении в хорошо закрывающейся склянке.

3.1.10. Раствор сернокислого магния концентрации с $(I/2 \text{ MgSO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н) готовят из фиксанала.

Раствор устойчив, хранят в склянке с закрывающейся пробкой.

3.1.11. 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

3.2.1. Основной раствор никеля (Ni) примерно концентрации $(I/2 \text{ Ni} \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ готовят, растворяя в мерной колбе вместимостью 1000 см³ 2,8 г $\text{Ni} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 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 мурексада и титруют окрашенную в желтый цвет жидкость раствором трилона Б концентрация с $(\text{ди} - \text{Na} - \text{ЭТА}) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$ до изменения окраски в красно-фиолетовую.

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

вычисляют по формуле

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

где a - расход трилона Б, см³;

0,05 - молярность раствора трилона Б концентрации с

(*ди-Мп*-ЭДТА) = 0,05 моль/дм³;

58,71 - атомная масса никеля;

V - объем основного раствора, взятого для определения, см³.

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, концентрации 1 мг/кг никеля готовят двойным разбавлением основного раствора.

Сначала готовят раствор концентрации 10 мг/кг *Мп*. Для этого в мерную колбу вместимостью 1000 см³ отбирают объем основного раствора, равный (1000.10): C_{Ni} , доливают до метки очищенной водой и перемешивают.

Разбавив полученный раствор точно в 10 раз, получим стандартный раствор концентрации 1 мг/кг *Мп*. Раствор неустойчив, пригоден только в день приготовления.

3.2.3. Основной раствор ЭДТА концентрации 100 мг/кг готовят из раствора трилона Б концентрации с (*ди-Мп*-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 1 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 1, 2, 5, 7, 10, 15 см³ стандартного раствора ЭДТА концентрации 1 мг/кг и по 5 см³ стандартного раствора никеля концентрации 1 мг/кг. Одновременно готовят контрольную пробу, содержащую 5 см³ никеля, но не содержащую ЭДТА. Жидкости перемешивают и через 5 минвливают последовательно в каждую колбу 5 см³ селитровой соли, 4 см³ раствора натрия гидроксиды, 5 см³ раствора персульфата аммония, 1 см³ щелочного раствора диметилглиоксима, доливают очищенной водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность (A) каждого окрашенного раствора со светофильтрами областью 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 гидроксида, 5 см³ раствора персульфата аммония, 1 см³ щелочного раствора диметилглиоксима, 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.).

Концентрация ($C_{ЭДТА}$) в микрограммах на килограмм вычисляют по формуле

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

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.Щедова; 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.
ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ.

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначения НТД, на которые ссылка	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

Обозначение НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисление приложений
ГОСТ 25336-82	2
ОСТ 34-70-953.І-88	І
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

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.