

СОДЕРЖАНИЕ

1. ОСТ 34-70-953.1-88	Воды производственные тепловых электростанций. Метод отбора проб..	3
2. ОСТ 34-70-953.2-88	Воды производственные тепловых электростанций. Метод приготовления очищенной воды	7
3. ОСТ 34-70-953.3-88	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения гидразина	21
	Приложение А. Построение градуировочного графика методом наименьших квадратов	32
	Приложение Б. Форма журнала для записи результатов анализа . . .	34
4. ОСТ 34-70-953.4-88	Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения железа	37
5. ССТ 34-70-953.5-88	Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения меди	53
6. ОСТ 34-70-953.6-88	Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения кремниевой кислоты	69
ИНФОРМАЦИЯ		20, 68

С Т А Н Д А Р Т О Т Р А С Л И

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.

Методы определения меди

ОКСТУ 0109 Л19

Дата введения 1988.10.01

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает методы определения меди в питательной воде и ее составляющих (конденсатах и добавочной воде), в обессоленной воде и в котловых водах

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.1-88.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотоколориметр типа КФК-2 или аналогичного типа с набором кювет толщиной колориметрируемого слоя до 100 мм и набором светофильтров или спектрофотометр;

весы лабораторные общего назначения II класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

стаканы В-1250 ТХС;

Издание официальное

© ВГИ, 1988

ОСТ 34-70-953.5-88

колбы мерные вместимостью 50, 250, 500 и 1000 см³;

колбы конические с пришлифованными пробками и без пробок вместимостью 200-250 и 500 см³;

бюретки для титрования вместимостью 25 см³;

склянки с пришлифованными пробками и без пробок вместимостью 0,5; 1,0; 2,0 и 5,0 дм³;

пипетки измерительные градуированные и без промежуточных делений на 1,2,5,10,20,25,50 и 100 см³;

палочки и бусинки стеклянные разных размеров;

воронки делительные вместимостью 0,5; 1,0 и 2,0 дм³;

сосуды полиэтиленовые с двойными крышками вместимостью 1 дм³;

свинец уксусно-кислый х.ч.;

хлороформ х.ч.;

натрия диэтилдитиокарбамиат х.ч.;

кислота соляная х.ч.;

кислота азотная х.ч.;

аммиак водный х.ч.;

калий азотнокислый х..ч.;

аммоний азотнокислый х.ч.;

натрий азотнокислый х.ч.;

трилон Б Фиксанад - по ТУ 6-09-2540;

спирт этиловый ректифицированный;

купризон - (бис-диглокексанон) оксалилдигидразон;

аммоний лимоннокислый двухзамещенный х.ч.;

индикатор пентаметокси красный ч.д.а.;

вода дистиллированная - по ГОСТ 5609 или конденсат отборного пара, или конденсат турбины;

вода очищенная - по ОСТ 34-70-953.2.

Допускается применение средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реагентов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Новые стаканы, в которых должны выпариваться пробы, необходимо предварительно проверять на чистоту. Для этого в каждом таком стакане проводят выпаривание 25 см³ очищенной воды, к которым добавлена азотная кислота в количестве 1 см³. Выпаривание ведут до остаточного содержания жидкости 5-7 см³ (не досуха). Затем определяют содержание меди по п.4.5.

Если определенное количество меди не превышает результаты контрольной пробы (по п.4.5), то стакан считают пригодным для анализа.

3.2. Подготовка проб

3.2.1. Пробы отбирают в стаканы, в которых затем проводится и выпаривание; в них вливают по 1 см³ концентрированной азотной кислоты и выпаривают пробы, не допуская кипения, до конечного объема 5-7 см³. Остаток жидкости должен покрывать дно стакана.

Если пробы отбираются в сосуды, в которых нельзя проводить выпаривание, то в проверенные на чистоту стаканы отбирают определенные отмеренные порции пробы из этих сосудов и далее поступают как описано выше, т.е. приливают 1 см³ кислоты и выпаривают.

При выпаривании проб необходимо предохранять их от загрязнений.

Выпаренную пробу переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³; стеки стакана обмывают очищенной водой, сливая ее в ту же колбу. Общий объем раствора в колбе не должен превышать 25-30 см³.

3.2.2. Пробы воды, которые могут содержать комплексообразователи - трилон, ОЭДФ и другие органические вещества, образующие с ионами меди прочные комплексы, обрабатывают для разрушения этих соединений. Для этого после прибавления 10 см³ концентрированной азотной кислоты пробу выпаривают на водяной бане до суха. Затем вновь приливают 10 см³ концентрированной азотной кислоты и опять выпаривают до суха. Сухой остаток смачивают 1 см³ концентрированной азотной кислоты, вливают 10-15 см³ очищенной воды, кипятят для удаления окислов азота и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³.

Стеки стакана, в котором проводилось выпаривание, обмывают очищенной водой, сливая обмывочную воду в ту же колбу. Общий объем жидкости в колбе не должен превышать 30 см³.

4. КУПРИЗОНОВЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

4.1. Сущность метода состоит в образовании окрашенного комплекса меди с купризоном и измерении оптической плотности полученного раствора на фотоколориметре. Чувствительность определения меди - 0,5 мкг в пробе.

4.2. Приготовление рабочих растворов

4.2.1. Раствор купризона. Растворяют 0,5 г реактива в 100 см³ спирто-водной (1:1) смеси, подогревая жидкость до 40–50°C. После полного растворения доводят объем до 500 см³ той же спирто-водной смесью.

Реактив при хранении в склянке темного стекла, хорошо закупориваемой после каждого употребления, пригоден в течение трех месяцев.

4.2.2. Раствор лимоннокислого аммония. Растворяют 10 г двухзамещенного лимоннокислого аммония в 90 см³ очищенной воды. Реактив устойчив, но часто поражается биологическими образованиями, поэтому готовить его более чем на 5–10 суток не следует.

4.2.3. Раствор аммиака. Аммиачный раствор с массовой долей 10% готовят разбавлением концентрированного раствора аммиака в 2,5 раза очищенной водой. Раствор устойчив. Его хранят в полиэтиленовом закрывающемся сосуде.

4.2.4. Индикатор. Растворяют в 50 см³ этилового спирта 0,1 г пентаметоксикрасного при нагревании на водяной бане. После охлаждения объем доводят этиловым спиртом до 100 см³. Реактив устойчив.

4.3. Приготовление основного и стандартных растворов

4.3.1. Основной раствор, содержащий 0,1 г/дм³ меди, готовят из точной навески металлической электродлитной меди. Отвесив точно 0,1 г металла, растворяют его в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в 10 см³ концентрированной азотной кислоты. После

полного растворения очищенной водой доводят объем жидкости в колбе до метки и тщательно перемешивают содержимое колбы. Основной раствор устойчив.

4.3.2. Для приготовления стандартного раствора, содержащего 1 мг/дм³ меди, отбирают пипеткой точно 10 см³ основного раствора в мерную колбу вместимостью 1 л дм³ и доводят до метки очищенной водой. Жидкость хорошо перемешивают. Стандартный раствор следует готовить перед его применением, при хранении концентрация меди в нем может изменяться.

4.4. Построение градуировочного графика

4.4.1. Построение градуировочного графика для проб, приготовленных по п.3.2.1. В пять мерных колб вместимостью по 50 см³ вводят пипеткой 1,2,3, 4 и 5 см³ стандартного раствора, содержащего 1 мг/дм³ (1 мкг/см³), что соответствует 1,2,3,4 и 5 мкг меди в пробе. Объем жидкости в каждой колбе доводят очищенной водой до 25-30 см³, добавляют по 1 см³ азотной кислоты и по 3-5 капель индикатора пентаметокси красного. Жидкость окрашивается в сиренево-красный цвет, ее осторожно нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25% до обесцвечивания индикатора, вводят 3 см³ раствора лимоннокислого аммония, 1 см³ раствора аммиака с массовой долей 10% и 2,5 см³ купризона. После введения каждого реагента жидкость перемешивают, затем доводят ее объем до метки очищенной водой и опять перемешивают.

Одновременно приготавливают 3-4 контрольных раствора тех же реагентов, но без стандартного раствора меди. Измеряют оптическую плотность всех этих контрольных растворов со светофильтр-

рами с областью светопропускания 590 нм в кюветах 50 или 100 мм. Измерения выполняют спустя 10 мин на фотоколориметре, сравнение ведут с дистиллированной водой. Из полученных при колориметрировании результатов вычисляют среднее арифметическое значение для контрольного раствора (A_k)

Также измеряют оптическую плотность каждого окрашенного стандартного раствора (A), ведя колориметрирование в тех же кюветах и сравнивая с дистиллированной водой.

4.4.2. Построение градуировочного графика для проб, приготовленных по п.3.2.2. В пять мерных колб вместимостью 50 см³ пипеткой вводят 1,2,3,4 и 5 см³ стандартного раствора, содержащего 1 мг/дм³ (1 мкг/см³) меди, что соответствует 1,2,3,4 и 5 мкг в пробе меди. Объемы жидкости в каждой колбе доводят очищенной водой примерно до 25 см³, приливают по 10 см³ концентрированной азотной кислоты и по 3-5 капель индикатора пентаметокси-красного. Окрашенную в сиренево-красный цвет жидкость осторожно нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 25% до обесцвечивания индикатора, вводят 3 см³ раствора лимоннокислого аммония, 1 см³ раствора аммиака с массовой долей 10% и 2,5 см³ раствора купризона. После введения каждого реагента жидкость перемешивают, затем доводят ее объем до метки очищенной водой и опять перемешивают.

Одновременно приготавливают 3-4 контрольных раствора тех же реактивов, но без стандартного раствора меди. Измеряют их оптическую плотность со светофильтрами областью светопропускания 590 нм в кюветах 50 или 100 мм на фотоколориметре. Измерения осуществляют спустя 10 мин. Сравнение ведут с дистиллированной водой. Из полученных при колориметрировании результатов вычис-

ляют среднее арифметическое значение для контрольного раствора (A'_k)

Также измеряют оптическую плотность каждого окрашенного стандартного раствора, ведя колориметрирование в тех же кюветах, также сравнивая с дистиллированной водой.

4.4.3. По экспериментальным данным, полученным по п.4.4.1 и п.4.4.2, строят два графика, которыми пользуются при анализе проб, полученных соответственно по п.3.2.1 и п.3.2.2. На осях абсцисс откладывают количества введенной меди (мкг), а по осям ординат соответствующие этим количествам меди значения оптической плотности (A) минус контрольные значения (A_k), т.е. величины ($A - A_k$) и ($A - A'_k$). По точкам проводят прямую методом наименьших квадратов по приложению А ОСТ 34.70.953.3-88.

Допускается вычисление результатов с помощью множителей, которые являются средними арифметическими значениями из величин, определенных по формулам

$$\frac{c}{A - A_k} \quad \text{и} \quad \frac{c}{A - A'_k} \quad (1; 2)$$

где

c - количество меди, мкг в пробе,

A - соответствующая этому количеству оптическая плотность раствора,

A_k и A'_k - средние значения оптических плотностей контрольных растворов.

При замене какого-либо реагента или элемента фотоколориметра необходимо провести проверку расчетного графика по 2-3 точкам.

4.5. Проведение анализа

В подготовленные согласно п.3.2.1 и 3.2.2 пробы добавляют 3-5 капель индикатора пентаметокси-красного, окрашенную в сиренево-красный цвет жидкость обесцвечивают раствором аммиака с массовой долей 25%, вводят 3 см³ раствора лимоннокислого аммония, 1 см³ раствора аммиака с массовой долей 10% и 2,5 см³ купризона. После введения каждого реагента жидкость тщательно перемешивают, затем доводят ее объем до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность (A_x) со светофильтрами с областью светопропускания 590 нм. В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду.

4.6. Обработка результатов анализа

4.6.1. Содержание меди в пробе (C_p) в микрограммах получают по градуировочным графикам, находя на оси ординат величину ($A_x - A_k$), а по оси абсцисс отвечающее этому значению содержание меди в пробе согласно п.4.4.

Концентрацию меди (C_u) в микрограммах в кубическом дециметре анализируемой воды вычисляют по формуле

$$(Cu) = \frac{C_p \cdot 1000}{V}, \quad (3)$$

где C_p - содержание меди в пробе, мкг, получаемое по градуировочному графику;

V - объем анализируемой воды, отобранный для анализа, см³:

4.6.2. Допустимые погрешности результата определения меди фотоколориметрическим методом с купризоном с доверительной вероятностью $P=0,95$ указаны в таблице I.

Таблица I

Содержание меди в пробе, мкг	0,5	1,0	1,5	2,0	5,0
Погрешность определения, %	10	5	3	2	1,5

4.6.3. Результаты определения округляют до десятых долей числа.

4.6.4. Форма журнала записи результатов анализа приведена в приложении Б ОСТ 34-70-953.3-88.

5. ЭКСТРАКЦИОННЫЙ ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМИНАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

5.1. Сущность метода, применяемого для анализа вод, содержащих менее 3-5 мкг/дм³ меди, состоит в экстрагировании меди диэтилдитиокарбаминатом свинца, растворенным в хлороформе и измерении оптической плотности полученного хлороформного раствора на фотоколориметре. Чувствительность определения меди этим методом зависит от объема воды, использованного для экстрагирования. В экстракте можно определить до 0,1 мкг меди.

5.2. Приготовление рабочего раствора

Хлороформный раствор диэтилдитиокарбамината свинца. Растворяют 0,1 г уксусно-кислого свинца в 5 см³ очищенной воды и при-

ОСТ 34-70-953.5-88

ливают 5 см³ раствора азотнокислого калия с массовой долей 10%. Отдельно готовят раствор 0,1 г диэтилдитиокарбамиата натрия в 5 см³ очищенной воды. Оба раствора сливают в делительную воронку вместимостью 0,5 дм³ и хорошо перемешивают взбалтыванием. Затем вливают в эту делительную воронку 300 см³ хлороформа и энергично взбалтывают содержимое. Образовавшийся вначале белый осадок диэтилдитиокарбамиата свинца растворяется в хлороформе с образованием бесцветного раствора. Этот раствор отделяют от водного слоя, фильтруют через сухой беззольный фильтр, доводят до 500 см³ чистым хлороформом.

Хранят раствор в хорошо закупоренной склянке темного стекла в защищенном от прямых лучей света месте. Реактив при этих условиях хранения устойчив. Если он помутнел, то следует приготовить свежий.

5.3. Приготовление стандартного раствора меди

Из основного раствора, приготовленного по п.4.3.1, готовят разбавлением раствор, содержащий 1 мг/дм³ меди; 10 см³ приготовленного раствора в мерной колбе вместимостью 100 см³ доливают до метки очищенной водой и тщательно перемешивают. Полученный стандартный раствор содержит меди 0,1 мкг/см³, его используют в день приготовления.

5.4. Построение градуировочного графика

В шесть полиэтиленовых сосудов с двойными крышками вместимостью по 1 дм³ вносят 1,2,3,5,10 и 20 см³ стандартного раствора, приготовленного по п.5.3, доливают до 500 см³ очищенной

воды, по 10 см³ раствора аммиака с массовой долей 10% и по 10 см³ хлорформного раствора диэтилдитиокарбамиата свинца. Жидкости в упомянутых сосудах интенсивно взбалтывают в течение 15 мин, затем переливают в делительные воронки, дают расслоиться и сливают хлорформный слой через сухие беззольные фильтры в мерные колбы вместимостью 50 см³. Водный слой возвращают в те же сосуды, в них вливают новую порцию хлорформного раствора диэтилдитиокарбамиата свинца и повторяют интенсивное взбалтывание в течение 10 минут. Переливают в те же делительные воронки, дают расслоиться и сливают хлорформный раствор через тот же фильтр в ту же колбу. Доводят объемы хлорформных экстрактов чистым хлорформом до метки во всех колбах, перемешивают и определяют оптическую плотность (*A*) этих растворов на фотоколориметре со светофильтрами областью светопропускания 440 нм.

Одновременно в 3-4 таких же полиэтиленовых сосуда вводят все реагенты и очищенную воду, но без растворов, содержащих медь, и проводят экстрагирование и последующее колориметрирование как это описано выше. При колориметрировании применяют кюветы длиной 100 мм, прикрывая их стеклышками, предохраняющими сильное испарение хлороформа. Во всех случаях в качестве растворов сравнения используют дистиллированную воду. Из результатов колориметрирования 3-4-х контрольных проб получают среднее арифметическое.

По полученным точкам строят градуировочный график методом наименьших квадратов по приложению А ОСТ 34-70-953.3-88. Допускается вычисление результатов с помощью множителей по п.4.4.3.

5.5. Проведение анализа

Отмеренный объем (не менее 500 см³) анализируемой воды помещают в полиэтиленовый сосуд, снабженный двойной крышкой, вводят 10 см³ раствора аммиака с массовой долей 10% и 10 см³ хлороформного раствора диэтилдигидрокарбамиата свинца, хорошо закупоривают и выбалтывают 15 минут.

Затем передливают содержимое сосуда в делительную воронку и дают жидкости расслоиться. Хлороформный раствор фильтруют через сухой беззольный фильтр в мерную колбу вместимостью 50 см³, а водный слой возвращают в полиэтиленовый сосуд, вводят новую порцию 10 см³ хлороформного раствора диэтилдигидрокарбамиата свинца и повторяют выбалтывание еще 10 мин. После этого передливают жидкость в ту же делительную воронку, дают расслоиться, сливают хлороформный слой через тот же фильтр в ту же мерную колбу, доливают объем чистым хлороформом до метки, перемешивают.

Затем измеряют оптическую плотность раствора (A_x) на фотоколориметре со светофильтром с областью светопропускания 440 нм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. Колориметрируют в кюветах 100 мм, прикрывая их стеклышками.

5.6. Обработка результатов

5.6.1. Пользуясь градуировочным графиком, находят по оси ординат величину, отвечающую разности ($A_x - A_c$), а по ней на оси абсцисс содержание меди в микрограммах.

Содержание меди в пробе (C) получают по формуле, приведенной в п.4.6.

5.6.2. Допустимые погрешности результата определения меди экстракционным диэтилдитиокарбаминатным методом с доверительной вероятностью $P=0,95$ указаны в таблице 2.

Таблица 2

Содержание меди в пробе, мкг	0,1	0,2	0,3	0,5
Погрешность определения, %	20	15	10	5

5.6.3. Результаты определений округляют до сотых долей числа.

5.6.4. Форма журнала записи результатов анализа приведена в приложении Б ОСТ 34-70-953.3-88.

6. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

6.1. Сходимость

Два результата определений, полученные в одной лаборатории, одним исполнителем, на одном оборудовании, на одной пробе признаются достоверными (с доверительной вероятностью $P=0,95$) если расхождение между ними не превышает 0,005 показаний шкалы оптической плотности прибора.

6.2. Воспроизводимость

Средние результаты двух испытаний, полученные в разных лабораториях, признаются достоверными (с доверительной вероятностью $P=0,95$), если расхождение между ними не превышает 0,01 показаний шкалы оптической плотности прибора.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРДЕН И ВНЕДРЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ Министерства энергетики и электрификации СССР от 15.02.88 № 42а
2. РАЗРАБОТАН Всесоюзным теплотехническим институтом (ВТИ)
3. ИСПОЛНИТЕЛИ: Ю.М.Кострикин, докт.техн.наук; Н.М.Калинина; О.М.Штерн; С.Ю.Петрова; Г.К.Корицкий; Л.Н.Федешева
4. ЗАРЕГИСТРИРОВАН В Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 8414814 от 28.03.88
5. Срок первой проверки - 1993 г. Периодичность - 5 лет
6. ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М., СПО Союзтехэнерго, 1979) в части определения меди (раздел I4)
7. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 3653-70	2
ГОСТ 6709-72	2
ОСТ 34-70-953.1-88	I
ОСТ 34-70-953.2-88	2
ОСТ 35-70-953.3-88	4.4.3; 4.6.4; 5.4

8. Переиздание с 1994 г. с Изменением № I

Усл.печ.л.4, Тираж 200.Заказ № 49
ГМБ ВТИ
Москва, Автозаводская, д.14/23