

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

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

НОРМАТИВНО- ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ И КОТЕЛЬНЫХ

СТАНДАРТЫ ОТРАСЛИ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА

ОТБОР ПРОБ,
ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОЧИЩЕННОЙ ВОДЫ,
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРАЗИНА,
ЖЕЛЕЗА, МЕДИ,
КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ

ОСТ 34-70-953. 1—88
ОСТ 34-70-953. 6—88

Издание официальное

1985 г.

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. ОСТ 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.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИДРАЗИНА

ОКСТУ 0109 Л19

Дата введения 1988.10.01

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает фотометрический метод определения гидразина в исходных водах, в питательной воде и составляющих ее конденсатах, в котловых, циркулирующих в системе охлаждения и теплофикационных водах.

Сущность метода состоит в измерении оптической плотности окрашенного соединения, образующегося при взаимодействии гидразина с парадиметиламинобензальдегидом.

Чувствительность определения гидразина в пробе составляет 0,2 мкг.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.1

Издание официальное

ВГИ, 1988 г.

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;

бюретки для титрования вместимостью 25 см³;

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

колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 см³;

колбы конические с пришлифованными пробками вместимостью 250 и 300 см³;

парадиметиламинобензальдегид чистый;

кислота серная х.ч.;

калий йодистый, х.ч.;

иод кристаллический ч.д.в. или фиксанал;

натрия тиосульфат ч.д.в. или фиксанал;

гидразин серноокислый ч.д.в. - по ГОСТ 5841 или гидразин солянокислый ч.д.в. - по ГОСТ 22159;

крахмал растворимый - по ГОСТ 10163;

кислота сульфаминовая х.ч.;

натрия гидроокись х.ч.;

вода дистиллированная;

вода очищенная - по ОСТ 34-70-953.2.

Допускается применение средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками

кам не хуже, а реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

3.1. Приготовление рабочих растворов

3.1.1. Раствор парадиметиламинобензальдегида

Растворяют 30 г парадиметиламинобензальдегида в 250 см³ серной кислоты с массовой долей 10%, приготовленной на очищенной воде. Объем раствора после полного растворения парадиметиламинобензальдегида доводят до 500 см³ серной кислотой той же концентрации. Серную кислоту с массовой долей 10% готовят, вливая в 800 см³ очищенной воды 60 см³ концентрированной серной кислоты и доводя объем до 1 дм³ очищенной водой. Раствор устойчив.

3.1.2. Раствор йода концентрации с $(I/2 J_2) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н) готовят из фиксанала, а раствор йода концентрации с $(I/2 J_2) = 0,01$ моль/дм³ готовят разбавлением раствора йода концентрации с $(I/2 J_2) = 0,1$ моль/дм³ точно в 10 раз непосредственно перед употреблением. Для этого 10 см³ раствора йода концентрации с $(I/2 J_2) = 0,1$ моль/дм³ вливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают очищенной водой до метки и перемешивают.

Раствор йода с массовой долей 0,1% хранят в склянке темного стекла; он устойчив в течение года.

3.1.3. Растворы тиосульфата натрия $0,1$ моль/дм³ готовят из фиксанала, а $0,01$ моль/дм³ готовят разбавлением $0,1$ моль/дм³ точно в 10 раз непосредственно перед употреблением. Для этого 10 см³ $0,1$ раствора тиосульфата натрия вливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают очищенной водой до метки и перемешивают.

Раствор тиосульфата натрия должен быть защищен от доступа угольной кислоты. При этом условии раствор устойчив в течение года.

3.1.4. Раствор крахмала с массовой долей 1% . Размешивают 1 г крахмала примерно в 20 см³ дистиллированной воды и вливают эту жидкость в 80 см³ кипящей дистиллированной воды. Раствор пригоден в течение двух суток.

3.1.5. Раствор натрия гидроокиси концентрации с ($NaOH$) = 1 моль/дм³. Растворяют 4 г в 96 см³ очищенной воды. Раствор должен быть защищен от доступа угольной кислоты.

3.1.6. Раствор серной кислоты концентрации с ($1/2 H_2SO_4$) = 1 моль/дм³. В 970 см³ очищенной воды осторожно вливают 30 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор устойчив.

3.1.7. Раствор сульфаминовой кислоты массовой долей 5% . Растворяют в 95 см³ очищенной воды 5 г сульфаминовой кислоты. Раствор устойчив.

3.2. Приготовление основного и стандартных растворов

3.2.1. Основной раствор гидразина, содержащий примерно $0,1 \text{ г/дм}^3$, готовят, растворяя в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 $0,41 \text{ г}$ сернокислого гидразина или $0,33$ солянокислого гидразина и очищенной водой доводят объем до метки, после чего тщательно перемешивают.

Основной раствор гидразина следует хранить в плотно закупоренной емкости, так как он постепенно окисляется кислородом воздуха.

Перед употреблением следует проверить титр. Для этого 10 см^3 раствора гидразина вливают в коническую колбу, снабженную прилифованной пробкой, приливают очищенную воду примерно до 100 см^3 , вводят $5-6 \text{ см}^3$ раствора натрия гидроокиси концентрации с $(\text{NaOH}) = \sim 1 \text{ моль/дм}^3$, перемешивают и сейчас же добавляют 20 см^3 раствора иода концентрации с $(\text{I}/2 \text{ I}_2) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$. Колбу закрывают пробкой, раствор взбалтывают и оставляют в темноте на 2-3 мин. После этого вливают 10 см^3 раствора серной кислоты концентрации с $(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = \sim 1 \text{ моль/дм}^3$ и титруют непрореагировавший с гидразином иод раствором тиосульфата натрия концентрации с $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$.

Крахмальный раствор используют только в конце титрования, когда окраска титруемой жидкости станет слабо желтой. Анализ выполняют не менее чем для трех проб.

Параллельно проводят анализ "холостой" проб, т.е. в 100 см^3 очищенной воды вводят все реактивы в том же порядке и

затем оттитровывают йод тиосульфатом натрия.

Титр основного раствора гидразина (T) в миллиграммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$T = \frac{(a_1 - a_2) \cdot N \cdot 8}{V} = (a_1 - a_2) \cdot 8 \cdot 10^{-3}$$

где a_1, a_2 - расходы раствора тиосульфата натрия концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,01$ моль/дм³ на титрование соответственно холостой и анализируемой проб, см³;

N - концентрация раствора тиосульфата натрия ($N = 0,01$).

8 - эквивалент гидразина при реакции с йодом;

V - объем раствора гидразина, взятый для анализа ($V = 10$ см³).

Титр основного раствора гидразина вычисляется как среднее арифметическое значение результатов всех отдельных проб.

3.2.2. Стандартный раствор гидразина, содержащий 1 мг/дм³, готовят разбавлением основного раствора.

Для этого отбирают пипеткой с делением объем основного раствора равный (1:1) см³, помещают этот объем в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят очищенной водой до метки и тщательно перемешивают.

Полученный стандартный раствор, содержащий 1 мг/дм³ гидразина, неустойчив, его следует приготавливать непосредственно перед употреблением.

3.3. Построение градуировочного графика

3.3.1. В шесть мерных колб вместимостью по 50 см³ пипеткой вводит 1, 2, 3, 10 и 20 см³ стандартного раствора, содержащего 1 мг/дм³ (1 мкг/см³) гидразина, что соответствует 1, 2, 3, 5, 10 и 20 мкг гидразина. Объем жидкости в каждой колбе доводят очищенной водой примерно до 30 см³, приливают по 2,5 см³ сернокислотного раствора парадиметиламинобензальдегида, хорошо перемешивают и доливают очищенной водой до метки. Хорошо перемешивают

Через 2-3 минуты измеряют оптическую плотность растворов (А) со светофильтрами областью светопропускания 400 нм в кюветках длиной 50 мм. Сравнение ведут с дистиллированной водой.

Одновременно готовят 3-4 контрольных раствора, для чего в такие же мерные колбы вливают по 30 см³ очищенной воды, по 2,5 см³ сернокислотного раствора парадиметиламинобензальдегида, доливают до метки очищенной водой, перемешивают.

Через 2-3 минуты измеряют оптическую плотность (А_к) этих растворов со светофильтрами областью светопропускания 400 нм в кюветках длиной 50 мм. Сравнение ведут с дистиллированной водой. Из полученных при этом результатов составляют среднее арифметическое.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают содержания гидразина в пробах С в микрограммах (обязательное приложение), а по оси ординат отвечающие им величины (А - А_к). По полученным точкам методом наименьших квадратов проводят прямую (приложение А).

Допускается вычисление результатов с помощью множителя, определяемого по формуле

$$\frac{C}{A - A_K}, \quad (1)$$

где C - количество гидразина в пробе, мкг;
 A - соответствующая этому количеству величина оптической плотности;
 A_K - величина оптической плотности контрольного раствора.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В мерную колбу вместимостью 50 см³ вливают 40 см³ анализируемой воды, если ожидаемое содержание гидразина в ней не более 150 мкг/дм³. При больших содержаниях гидразина в колбу вводят меньшие объемы, доливая очищенной водой примерно до 40 см³ и тщательно перемешивая. В приготовленную таким образом пробу вливают 2,5 см³ сернокислого раствора парадиметиламинобензальдегида, доводят до метки очищенной водой, перемешивают и через 2-3 мин измеряют оптическую плотность (A_x) на фотокориметре при длине волны 400 нм в кюветках с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют дистиллированную воду.

4.2. Если анализируемая вода содержит нитриты, то их разрушают сульфаминовой кислотой, прибавляя 1 см³ раствора кислоты с массовой долей 5% к пробе анализируемой воды за 15 мин перед вводом парадиметиламинобензальдегида.

4.Ж. При наличии в анализируемой воде, кроме гидразина, веществ, реагирующих с парадиметиламинобензальдегидом с образованием окрашенных соединений, их влияние устраняют обработкой пробы воды йодом. С этой целью отбирают две одинаковые пробы воды и в одну из них вводят несколько капель раствора йода до появления отчетливой желтоватой окраски. Через минуту избыток йода связывают добавлением раствора тиосульфата (до обесцвечивания пробы). Затем к обеим пробам прибавляют реактивы, в соответствии с п.3.4.1 и измеряют оптическую плотность второй пробы по отношению к первой.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5.1. Пользуясь градуировочным графиком, получают содержание гидразина 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 гидразина (C_p) в пробе. Концентрацию гидразина (N_2H_4) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(N_2H_4) = \frac{C_p}{V}$$

где V - объем воды, введенной в колбу, см³;
 C_p - содержание гидразина в пробе, мкг, получаемое по градуировочному графику.

5.2. Допустимые погрешности результата определения гидразина с применением парадиметиламинобензальдегида (с доверительной вероятностью $P=0,95$), указаны в таблице I.

Таблица I

Содержание гидразина в пробе, мкг	0,2-0,5	0,5-1,0	1,0-3,0	3,0-8,0
Погрешность определения, %	50	40	15	5

5.3. Результаты определений округляют до сотых долей числа.

5.4. Форма журнала записи результатов анализа приведена в приложении Б.

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 на одной пробе признаются достоверными (с доверительной вероятностью $P=0,95$), если расхождение между ними не превышает 0,01 показаний шкалы оптической плотности прибора.

7. ТРЕБОВАНИЯ К ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ

Гидразин является токсичным веществом. Необходимо полностью исключить возможность попадания соединений гидразина и его концентрированных растворов в рот и желудочно-кишечный тракт.

При попадании соединений гидразина и его растворов на кожные покровы иногда возникает зуд и экзематозное раздражение. Поэтому следует немедленно смыть водой попавшие на кожные покровы соединения гидразина и его растворы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Обязательное

ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА
МЕТОДОМ НАИМЕНЬШИХ КВАДРАТОВ

1. Для построения градуировочного графика методом наименьших квадратов используют зависимости между значениями известных концентраций в пробе ($C_1, C_2, C_3, \dots, C_n$) и соответствующими им значениями показаний фотокolorиметра

$$A_1 = a + bC_1$$

$$A_2 = a + bC_2$$

$$A_n = a + bC_n$$

Значения параметров (a, b), которые бы наилучшим образом удовлетворяли каждой зависимости, вычисляют по формуле

$$a = \frac{\sum C^2 \cdot \sum A - \sum C \cdot \sum CA}{n \sum C^2 - (\sum C)^2} \quad (A1)$$

$$b = \frac{n \sum CA - \sum C \cdot \sum A}{n \sum C^2 - (\sum C)^2} \quad (A2)$$

Подставляя значения (a) и (b) в формулы A1 и A2, получаем

$A_{\text{выч}}$ для каждого из проведенных n измерений.

Градуировочный график строится по точкам ($C_1, C_2, C_3, \dots, C_n$) и ($A_{1\text{выч}}, A_{2\text{выч}}, A_{3\text{выч}}, \dots, A_{n\text{выч}}$)

2. Пример вычисления

Результаты n измерений, полученные по п.3.3.1 и вычисленные значения слагаемых формул (2) и (3), располагают в таблице I.

Таблица I

n	C	C^2	A	CA	$A_{выч.}$
1	1	1	0,092	0,092	0,0996
2	2	4	0,193	0,386	0,1856
3	3	9	0,272	0,816	0,2716
4	5	25	0,447	2,235	0,4436
5	7	49	0,612	4,482	0,6156
Σn	ΣC	ΣC^2	ΣA	ΣCA	
5	18	88	1,616	7,813	
$(\Sigma C)^2$					

324

Подставляя значения Σn , ΣC , ΣC^2 , ΣA , ΣCA , $(\Sigma C)^2$ в формулы (2) и (3), вычисляют параметры (а) и (в), а затем по формулам (1) определяют значения $A_{выч.}$ по каждому из n измерений.

Для построения градуировочного графика откладывают на оси абсцисс содержание гидразина в пробах (С) в микрограммах, а по оси ординат значения $A_{выч.}$ для каждого из n измерений. По полученным точкам строят график.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
Рекомендуемое

ФОРМА ЖУРНАЛА ДЛЯ ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗОВ

Т и т у л ь н ы й л и с т:

(предприятие)

(лаборатория)

ЖУРНАЛ
РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗОВ
ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ВОД

Наименование компонентов	Метод анализа
Гидразин,	ОСТ 34-70-953.3-88
Железо,	ОСТ 34-70-953.4-88
Медь,	ОСТ 34-70-953.5-88
Кремниевая кислота	ОСТ 34-70-953.6-88

Примечание. На титульном листе перечисляют все вещества, определяемые в производственных водах и дают ссылку на метод их анализа.

Первая и последующие страницы журнала

Дата отбора пробы _____ Смена _____

I. РЕЗУЛЬТАТЫ АНАЛИЗОВ

Место отбора проб	Содержание компонентов (химические символы и единицы измерения)
	сульфо- купри- силици- зоно- ловый вый метод метод

2. Отклонения, проявившиеся в ходе анализа:

Заведующий лабораторией _____
подпись фамилия

Анализ провел _____
должность подпись фамилия

Примечание. 1. Перечень компонентов дан примерно.
Таблица может быть продолжена на следующей странице, в зависимости
от количества определяемых компонентов.
2. При определении компонентов другими методами выбранный метод
указывается в соответствующей графе.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН 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.Федосева
4. ЗАРЕГИСТРИРОВАНЫ В Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 8414793 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 гидразина (раздел 29)
7. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 4759-79	2
ГОСТ 5841-74	2
ГОСТ 6709-72	2
ГОСТ 10163-76	2
ГОСТ 22169-76	2
ОСТ 34-70-953.1-88	1
ОСТ 34-70-953.2-88	2

8. ПЕРЕИЗДАНИЕ 1994 г. с Изменениями № 1 и № 2.

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