

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.

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.

I. 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 ковет, толщиной колориметрируемого слоя до 100 мм и набором светофильтров или спектрофотометр;

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

бюrette 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 притягиванными пробками вместимостью 250 и 300 см³;

парадиметиламинобензальдегид чистый;

килота серная х.ч.;

калий йодистый, х.ч.;

иод кристаллический ч.д.а. или фиксанал;

натрия тиосульфат ч.д.а. или фиксанал;

гидразин сернокислый ч.д.а. - по ГОСТ 5847 или гидразин солянокислый ч.д.а. - 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 характеристи-

ками не хуже, а реагентов 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 лм³ очищенной водой. Раствор устойчив.

3.1.2. Раствор иода концентрации с $(I/2J_2)$ = 0,1 моль/лм³ (0,1 н) готовят из фиксанала, а раствор иода концентрации с $(I/2J_2)$ = 0,01 моль/лм³ готовят разбавлением раствора иода концентрации с $(I/2J_2)$ = 0,1 моль/лм³ точно в 10 раз непосредственно перед употреблением. Для этого 10 см³ раствора иода концентрации с $(I/2J_2)$ = 0,1 моль/лм³ 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 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 гидроксида 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 $0,33 \text{ г}$ 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 пришлифованной пробкой, приливают очищенную воду примерно до 100 см^3 , вводят $5-6 \text{ см}^3$ раствора натрия гидроокиси концентрации с $(NaOH) = \sim 1 \text{ моль/дм}^3$, перемешивают и сейчас же добавляют 20 см^3 раствора иода концентрации с $(1/2 I_2) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$. Колбу закрывают пробкой, раствор взбалтывают и оставляют в темноте на 2-3 мин. После этого вливают 10 см^3 раствора серной кислоты концентрации с $(1/2 H_2SO_4) = \sim 1 \text{ моль/дм}^3$ и титруют непрореагировавший с гидразином иод раствором тиосульфата натрия концентрации с $(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$.

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" пробы, т.е. в 100 см^3 очищенной воды вводят все реагенты 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/дм 3 на титрование соответственно холостой и анализируемой проб, см 3 ;

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

8 - эквивалент гидразина при реакции с йодом;

V - объем раствора гидразина, взятый для анализа ($V = 10$ см 3).

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

3.2.2. Стандартный раствор гидразина, содержащий 1 мг/дм 3 , готовят разбавлением основного раствора.

Для этого отбирают пипеткой с делением объем основного раствора равный (1:T) см 3 , помещают этот объем в мерную колбу вместимостью 1 дм 3 , доводят очищенной водой до метки и тщательно перемешивают.

Полученный стандартный раствор, содержащий 1 мг/дм 3 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 вводят 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 (A) со светофильтрами областью светопропускания 400 нм в кюветах 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 (A_к) этих растворов со светофильтрами областью светопропускания 400 нм в кюветах 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 (A - A_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 парадиметиламино-бензальдегида, доводят до метки очищенной водой, перемешивают и через 2-3 мин измеряют оптическую плотность (A_x) на фотоколориметре при длине волны 400 нм в кюветах 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 парадиметиламино-бензальдегида.

4.4. При наличии в анализируемой воде, кроме гидразина, веществ, реагирующих с парадиметиламиноbenзальдегидом с образованием окрашенных соединений, их влияние устраниют 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 гиосульфата (до обесцвечивания пробы). Затем к обеим пробам прибавляют реагенты, 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 ($N_x H_4$) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(N_x H_4) = \frac{C_p}{V}$$

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 парадиметиламиноbenзальдегида (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 опреде- ления, %	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 $\rho = 0,95$), 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 $\rho = 0,95$), 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

I. 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 фотоколориметра

$$A_1 = a + bC_1$$

$$A_2 = a + bC_2$$

$$A_n = a + bC_n$$

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

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

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

Подставляя значения (a) и (b) в формулы A1 и A2, получаем $A_{\text{спр}}$ для каждого из проведенных n измерений.

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

2. Пример вычисления

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

Таблица I

n	c	c^2	A	ca	$A_{\text{выч}}$
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 $A_{\text{выч}}$ по каждому из n измерений.

Для построения градуировочного графика откладывают на оси абсцисс содержание гидразина в пробах (c) в микрограммах, а по оси ординат значения $A_{\text{выч}}$ 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.

Первые и последующие страницы журнала

Дата отбора пробы _____ Смена _____

I. РЕЗУЛЬТАТЫ АНАЛИЗОВ

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

2. Отклонения, проявившиеся в ходе анализа:

Заведующий лабораторией _____ подпись _____
Фамилия _____

Аналisis 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 (НТИ)
3. ИСПОЛНИТЕЛИ: Ю.М.Кострикин, докт.техн.наук; Н.М.Калинина, О.М.Штерн; С.Ю.Петрова; Г.К.Корицкий, Л.Н.Федешева
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 НГД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 4759-79	2
ГОСТ 5841-74	2
ГОСТ 6709-72	2
ГОСТ 10163-76	2
ГОСТ 22159-76	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