

Москва 1993

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ**ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ
ТЕПЛОВЫХ
ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.****ОСТ 34-70-953.15—90****Метод определения цинка
ОКСТУ 0109**

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды электростанций и устанавливает фотометрический метод определения цинка в питательной и котловой водах.

Сущность метода состоит в измерении оптической плотности окрашенного соединения, образующегося при взаимодействии цинка с сульфарсазеном.

Чувствительность метода — 0,5 мкг цинка в пробе.

Метод может быть использован при анализе вод атомных электростанций.

1. 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 поглощающего свет слоя до 100 мм или спектрофотометр:

весы лабораторные общего назначения II класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88; эксикатор с вкладышем по ГОСТ 25336—82;

пипетки измерительные градуированные и без промежуточных делений на 1, 2, 5, 10, 20, 25, 50 и 100 см³ по ГОСТ 20292—74;

колбы мерные вместимостью 50, 250, 500 и 1000 см³ по ГОСТ 1770—74;

стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336—82;
кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118—77;
сульфарсазен по ТУ-6-09-4681—78;
аммиак водный х.ч. по ГОСТ 3760—79;
кислота винная ч.д.а. по ГОСТ 5817—77;
кислота лимонная, пищевая по ГОСТ 908—79;
цинк окись х.ч. по ГОСТ 10262—73;
вода очищенная по ОСТ 34-70-953.2—88.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

3.1. *Приготовление рабочих растворов*

3.1.1. Раствор сульфарсазена

Растворяют 0,05 г индикатора в 100 см³ очищенной воды, к которой добавлено 2—3 капли аммиака с массовой долей 10%. Раствор хранят в защищенном от света месте. Раствор устойчив 7 суток.

3.1.2. Раствор винной кислоты с массовой долей 10%.

Растворяют 10 г реактива в 90 см³ очищенной воды. Раствор устойчив в течение 15 суток. Хранят его в склянке с плотно закрывающейся пробкой в прохладном месте.

3.1.3. Раствор лимонной кислоты с массовой долей 10%.

Растворяют 10 г реактива в 90 см³ очищенной воды. Раствор устойчив в течение 15 суток. Хранят его в склянке с плотно закрывающейся пробкой в прохладном месте.

3.1.4. Раствор аммиака с массовой долей 10% готовят разбавлением крепкого аммиака, концентрацию которого проверяют ареометром. Такой раствор готовят каждый раз перед приготовлением буферной смеси.

3.1.5. Буферная смесь (рН=9,5).

Смешивают 20 см³ раствора лимонной кислоты с массовой долей 10%, 80 см³ раствора винной кислоты с массовой долей 10% и 40 см³ свежеприготовленного раствора аммиака с массовой долей 10%. Смесь хранят в хорошо закрывающейся склянке в течение 7 суток.

3.2. *Приготовление основного и стандартного растворов*

3.2.1. Основной раствор цинка концентрации 100 мг/кг готовят, растворяя в мерной колбе вместимостью 1000 см³ 0,1245 г прокаленной при 800—900 °С и охлажденной в эксикаторе окиси цинка в 10—15 см³ соляной кислоты, после полного растворения очищенной водой доливают объем до метки и хорошо перемешивают. Раствор устойчив. Допускается приготовление основного раствора цинка по ГОСТ 4212—76.

3.2.2. Стандартный раствор, концентрации 1 мг/кг цинка, готовят разбавлением основного раствора в 100 раз, подкисляя его до $\text{pH} \sim 3,0$ соляной кислотой. Если основной раствор цинка был приготовлен по ГОСТ 4212—76, то стандартный раствор, готовят разбавлением основного раствора в 1000 раз. Раствор неустойчив пригоден в день приготовления

3.3. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 50 см³ отбирают 1, 2, 3, 5, 10 см³ стандартного раствора цинка. Объем жидкости в каждой колбе доливают очищенной водой примерно до 40 см³, затем вводят по 2 см³ буферной смеси и по 0,5 см³ раствора индикатора сульфарсазена, перемешивают, доливают очищенной водой до метки и опять перемешивают. Одновременно готовят контрольную пробу, для чего в такую же мерную колбу вливают 40 см³ очищенной воды, 2 см³ буферной смеси и 0,5 см³ индикатора сульфарсазена, доливают до метки очищенной водой и перемешивают.

Через 1—2 мин измеряют оптическую плотность растворов со светофильтрами областью светопропускания 490 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм относительно контрольной пробы. Выполняют не менее 3 параллельных определений для каждой концентрации.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают содержание цинка в пробах (мкг), а по оси ординат соответствующие им значения оптической плотности (А). По полученным точкам проводят прямую по методу наименьших квадратов по ОСТ 34-70-953.3—88.

Допускается вычисление результатов с помощью множителя, определяемого по формуле

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

где m — масса цинка в пробе, мкг; A — среднее значение оптической плотности, соответствующее этой массе.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят такой объем анализируемой воды, чтобы масса цинка в этой пробе была 0,5—10,0 мкг. Если анализируемая вода содержит меньше 12,0 мкг/кг цинка, что отвечает 0,5 мкг в 40 см³, то 100 см³ или больший объем такой воды упаривают без подкисления в стакане термостойкого стекла до объема около 20 см³ и затем этот объем переносят в мерную колбу на 50 см³.

Доведя объем пробы в этой колбе очищенной водой до примерно 40 см³, вводят 2 см³ буферной смеси, 0,5 см³ раствора индикатора, перемешивают, доводят очищенной водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора (A_x) на фотоколориметре при светофильтрах областью светопропускания 490 нм относительно контрольной пробы.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

По градуировочному графику находят массу цинка в анализируемой пробе. Полученную оптическую плотность раствора пробы (A_x) находят по оси ординат и по ней массу цинка (m) в пробе.

Концентрацию цинка (Zn), в микрограммах на килограмм, вычисляют по формуле

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

где V — объем анализируемой воды, см³; m — масса цинка в пробе, мкг, найденная по градуировочному графику или по формуле

$$m = K \cdot A_x \text{ по п.3.3.}$$

Суммарная погрешность результата определения цинка с применением сульфарсазена с доверительной вероятностью $P=0,95$ указана в таблице.

Масса цинка в пробе, мкг	0,5	1,0	3,0	5,0	7,0
Суммарная погрешность определения, %	±36	±14	±12	±10	±5

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ Министерства энергетики и электрификации СССР от 02.10.90 № 164а

2. 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)

3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН В Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 8434296 от 01.04.91

4. Срок первой проверки — 1996 г., периодичность проверки — 5 лет

5. ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М.: СПО Союзтехэнерго, 1979) в части определения цинка (раздел 15)

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначения НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисление приложений
ГОСТ 908—79	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4212—76	3.2.1; 3.2.2
ГОСТ 5817—77	2
ГОСТ 10262—73	2
ГОСТ 20292—74	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2
ОСТ 34-70-953.1—88	1
ОСТ 34-70-953.2—88	2
ОСТ 34-70-953.3—88	3.3
ТУ 6-09-4681—78	2

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ
ОСТ 34-70-953.15—90

Номер из- менения	Номер листа (страницы)				Номер Подпись доку- мента	Дата	Срок вве- дения измене- ний
	изменен- ного	заменен- ного	нового	аннулиро- ванного			

СО Д Е Р Ж А Н И Е

1.ОСТ 34-70-953.13—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения взвешенных веществ	1
2.ОСТ 34-70-953.14—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения сухого и прокаленного остатка	8
3.ОСТ 34-70-953.15—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения цинка .	14
4.ОСТ 34-70-953.16—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения хлоридов	20
5.ОСТ 34-70-953.17—90	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определения нитритов	29
6.ОСТ 34-70-953.18—90	Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения нефтепродуктов	36

Технический редактор *И.Р.Шанто*
Корректор *Н.Н.Клюева*

Подписано в печать 2.04.91. Формат 60×90¹/₁₆. Печать офсетная.
Усл.печ.л. 3,0, Тираж 1120 экз. Заказ № 119.

ПМБ ВТИ им. Ф.Э. Дзержинского.
109280, Москва, ул. Автозаводская, 14/23



УТВЕРЖДАЮ

Первый вице-президент
РАС "СТС Россия"

В.В.Кудрявый

25 09 1996 г.

Изменение № I ОСТ 34-70-953.15-90. ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ
ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ. Метод определения щелоча

Дата введения 1996-07-01

Раздел 2 и Информационные данные. Заменить ссылкой:
ГОСТ 20292-74 на ГОСТ 29227-91, ТУ 6-09-4681-78 на
ТУ 6-09-4681-88.

Раздел 5 дополнить новыми пунктами 5.2 и 5.3:

"5.2 Результаты определений округляют до сотых долей.

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

Дополнить новым разделом 6:

"6 Точность метода

6.1 Сходимость

Два результата испытаний, получаемые в одной лаборатории,
одним исполнителем, из одной пробы, на одном оборудовании, призна-
ются достоверными (с доверительной вероятностью $P = 0,95$), если
расхождение между ними не превышает 0,005 показаний шкалы опти-
ческой плотности прибора.

6.2 Воспроизводимость

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