

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

ОТРАСЛЕВОЙ
СТАНДАРТ

**НОРМАТИВНО-
ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ
ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ
И КОТЕЛЬНЫХ**

ОТРАСЛЕВЫЕ СТАНДАРТЫ

**ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ
ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРАТОВ,
КИСЛОРОДА, КИСЛОТНОСТИ,
КАЛЬЦИЯ, МАГНИЯ**

ОСТ 34-70-953.22—92
ОСТ 34-70-953.26—92

Издание официальное

1993 г.

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ

ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.

ОСТ 34-70-953.23-92

Методы определения

кислорода

ОКСТУ 0109

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает методы определения кислорода в питательных водах паровых котлов, в конденсатах турбин, а также в сетевой и подпиточной водах тепловых сетей.

Методы определения кислорода могут быть использованы при анализе производственных вод атомных электростанций.

I. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.1 со следующими дополнениями.

Отбор проб воды производят одновременно в две склянки одинаковой емкости. Для этого на штуцер пробоотборной точки надевают каучуковую трубку, соединенную с тройником типа "гребенки". К последнему присоединяют две стеклянные трубки, которые опускают в пробоотборные склянки, установленные на дно ведра или специальной кружки, глубина которых должна на 7-10 см превышать высоту склянок.

Издание официальное

© ВТИ, 1993

С.2 ОСТ 34-70-953.23-92

Перед отбором проб все трубки должны быть промыты током анализируемой воды, причем для удаления из трубок воздуха целесообразно во время промывки несколько раз их поднимать. Истечение воды должно быть спокойным со скоростью 500-600 см³/мин.

После того, как через склянки пройдет десятикратный объем анализируемой воды, не прекращая ее поступления, осторожно вынимают стеклянные трубочки из склянок и сразу же вводят реактивы.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания - 200 г.

Шкаф сушильный СНОЛ-3,5/3-М-2 У 4,2 или другой марки.

Бюретки без крана по ГОСТ 20292 вместимостью 25, 50 и 100 см³.

Ципетки по ГОСТ 20292 вместимостью 1, 2, 3, 5 см³.

Склянки с пришлифованными пробками по ГОСТ 25336 вместимостью 300 см³ и 500 см³.

Колбы конические с пришлифованными пробками и без пробок по ГОСТ 25336 вместимостью 500 и 800 см³.

Воронки простые конусообразные с коротким стеблем - по ГОСТ 25336.

Колбы мерные - по ГОСТ 1770 вместимостью 200, 250, 500 см³.

Стаканы химические термостойкие с носиком - по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 200 см³.

Цилиндры измерительные с носиком - по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 250 см³.

Склянки кислородные с притертыми пробками вместимостью 100-120 см³.

- Марганец хлористый - по ГОСТ 612.
 Марганец сернистый по ГОСТ 435.
 Калий иодистый по ГОСТ 4232.
 Калий иодноватокислый (иодат) по ГОСТ 4202.
 Иод фиксанал по ТУ 6-09-2540.
 Кислота серная - по ГОСТ 4204.
 Кислота соляная - по ГОСТ 3118.
 Натрия гидроокись - по ГОСТ 4328.
 Каля гидроокись - по ОСТ 6-01-301-74
 Натрия тиосульфат, фиксанал - по ТУ 6-09-2540.
 Индикатор метиловый оранжевый - по ТУ 6-09-4530.
 Индикатор метиленовый голубой - по ТУ 6-09-29.
 Глицерин - по ГОСТ 6259.
 Вазелиновое масло
 Спирт этиловый ректификованный технический - по
 ГОСТ 18300.
 Д-глюкоза - по ГОСТ 6038 .
 Цинк гранулированный
 Ртуть азотнокислая, окисная - по ГОСТ 4520.
 Калий-натрий виннокислый (сеньетова соль) - по ГОСТ 5845.
 Аммиак водный - по ГОСТ 3760.
 Кобальт хлористый - по ГОСТ 4525.
 Медь сернистая - по ГОСТ 4165.
 Железо хлорное - по ГОСТ 4147.
 Индигокармин - по ТУ 6-09-714 .
 Крахмал - по ГОСТ 10163.
 Вода щелочная - по ОСТ 34-70-953.2.
 Кислота сульфосалициловая - по ГОСТ 4478 с массовой долей 30%.
 Натрий фтористый кристаллический - по ГОСТ 4463.

С.4 ОСТ 34-70-953.23-92

Индикатор ПАН по МРТУ 6-09-1074 с массовой долей 0,1%.

Индикатор "мурексид" - по ТУ 6-09-1040 с массовой долей 0,3%.

Кислота уксусная ледяная - по ГОСТ 61.

Трилон Б, фиксанал - по ТУ 6-09-2540.

Сафранин "Т".

3. ИОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТВОРЕННОГО КИСЛОРОДА

3.1. Сущность метода заключается в окислении кислородом в щелочной среде марганца двухвалентного до высших по степени окисления соединений марганца четырехвалентного и на способности последних в кислой среде выделять из иодистого калия свободный иод в количестве, соответствующем содержанию растворенного в воде кислорода.

Чувствительность метода - 50 мкг/дм³.

3.2. Приготовление рабочих растворов

3.2.1. Раствор хлористого или серноокислого марганца 45 г $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ или 55 г $MnSO_4 \cdot 5H_2O$ растворяют в 100 см³ очищенной воды. Раствор фильтруют через бумажный фильтр. Раствор устойчив. Хранят в склянке с притертой пробкой.

3.2.2. Щелочной раствор иодистого калия или натрия 36 г натрия или калия гидроксид, 20 г иодистого калия и 0,05 г иодноватокислого калия растворяют в 100 см³ очищенной воды. Хранят в склянке из темного стекла в течение 10 дней.

3.2.3. Раствор серной кислоты

Концентрированная серная кислота разбавляется очищенной водой в отношении 1:1. Раствор устойчив. Хранят в склянке с притертой пробкой.

3.2.4. Раствор крахмала с массовой долей 1%

Растворяют 1 г крахмала примерно в 20 см³ очищенной воды и вливают эту суспензию в 80 см³ кипящей очищенной воды. Раствор пригоден в течение двух суток.

3.2.5. Раствор иода концентрации $c\left(\frac{1}{2} I_2\right) = 0,1$ моль/дм³ готовят из фиксанала, а затем разбавлением точно в 10 раз. Раствор иода концентрации $c\left(\frac{1}{2} I_2\right) = 0,01$ моль/дм³ готовят в день употребления.

3.2.6. Раствор тиосульфата натрия концентрации c

$(Na_2 S_2 O_3 \cdot 5 H_2 O) = 0,01$ моль/дм³

Сначала готовят раствор концентрации $c(Na_2 S_2 O_3 \cdot 5 H_2 O) = 0,1$ моль/дм³ из фиксанала, а затем разбавлением этого раствора точно в 10 раз, непосредственно перед употреблением, получают раствор концентрации $c(Na_2 S_2 O_3 \cdot 5 H_2 O) = 0,01$ моль/дм³. Раствор неустойчив.

3.3. Проведение анализа

В две склянки одинакового объема отбирают пробу как описано в п. 1. Оставляя склянки под водой, в одну из склянок вводят 1 см³ раствора соли марганца и 1 см³ щелочного раствора иодистого калия. Во вторую склянку вводят 3 см³ кислоты. Затем обе склянки плотно закрывают притертыми пробками, вынимают из воды и перемешивают содержимое каждой.

С.6 ОСТ 34-70-953.23-92

В первую склянку после оседания осадка приливают 3 см³ кислоты, закрывают пробкой и перемешивают. Во вторую склянку добавляют 1 см³ щелочного раствора иодистого калия и 1 см³ раствора соли марганца, закрывают пробкой и перемешивают.

Затем в две одинаковые конические колбы вводят точно по 2 см³ раствора иода концентрации $c(\frac{1}{2} I_2) = 0,01$ моль/дм³ и все содержимое склянок переливают в эти колбы. Закрывают колбы часовыми стеклышками или притертыми пробками, оставляют их в темном месте на 5 мин, после чего титруют содержимое колб раствором тиосульфата натрия концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,01$ моль/дм³ до светло-желтой окраски, после чего добавляют 1 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до полного обесцвечивания жидкости.

3.4. Обработка результатов

Концентрацию кислорода в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$O_2 = \frac{[(a_1 - a_2) \cdot 0,08 - 0,005] \cdot 1000}{V},$$

где a_1 - расход раствора тиосульфата на титрование объема жидкости в первой склянке, см³;

a_2 - расход раствора тиосульфата на титрование объема жидкости во второй склянке, см³;

0,08 - количество миллиграммов кислорода, соответствующее 1 см³ раствора тиосульфата, концентрации c

$(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,01$ моль/дм³;

0,005 - поправка на содержание кислорода, растворенного в введенных реактивах (в 1 см³ соли марганца и

1 см³ щелочного раствора иодистого калия);

V - объем пробы, взятый для анализа, см³.

Суммарные погрешности результатов определения растворенного кислорода иодометрическим методом с доверительной вероятностью $P = 0,95$ указаны в табл. I.

Таблица I

Концентрация кислорода (O_2), мкг/дм ³	50	100	200
Суммарная погрешность определения, %	±40	±20	±10

4. ВИЗУАЛЬНО-КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОРОДА С ПРИМЕНЕНИЕМ ИНДИКАТОРА МЕТИЛЕНОВОГО ГОЛУБОГО

4.1. Сущность метода основана на свойстве метиленового голубого изменять окраску. Под действием восстановителей вещество превращается в бесцветную лейкоформу, при окислении вновь образуется синее окрашивание.

Чувствительность метода - 5,0 мкг/дм³.

4.2. Приготовление рабочих растворов

4.2.1. Раствор метиленового голубого

В мерной колбе вместимостью 500 см³ растворяют 125 мг индикатора и 1,2 г глюкозы в 50 см³ очищенной воды и доводят глицерином до метки. Реактив хорошо перемешивают и хранят в склянке темного стекла в месте, защищенном от прямого освещения солнеч-

ными лучами.

4.2.2. Раствор метиленового голубого с применением редуктора

В мерной колбе вместимостью 500 см³ растворяют 125 мг метиленового голубого в 40 см³ этилового спирта, добавляют 10 см³ раствора концентрированного аммиака, 160 см³ глицерина, доводят до метки очищенной водой, хорошо перемешивают и хранят в склянке темного стекла. Раствор устойчив в течение нескольких месяцев.

4.2.3. Щелочной водный раствор калия гидроксида с массовой долей 30%

Растворяют 30 г калия гидроксида в 70 см³ очищенной воды. Раствор устойчив, хранят в полиэтиленовом сосуде.

4.2.4. Раствор серной кислоты с массовой долей 5%

Осторожно приливают 10 см³ концентрированной серной кислоты к 190 см³ очищенной воды. Раствор устойчив, его хранят в склянке с притертой пробкой.

4.2.5. Раствор азотной кислоты с массовой долей 5%

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ отмеривают 55 см³ концентрированной азотной кислоты, доливают до метки очищенной водой, перемешивают. Раствор устойчив. Хранят в склянке с притертой пробкой.

4.2.6. Раствор азотнокислой ртути с массовой долей 10%

Растворяют 20 г азотнокислой ртути в 100 см³ очищенной воды, добавляют азотной кислоты с массовой долей 5% до полного растворения соли и доливают очищенной водой до общего объема 200 см³. Раствор устойчив в течение месяца. Хранят в склянке

из темного стекла.

4.2.7. Восстановленный раствор метиленового голубого с жидким восстановителем

Смешивают 50 см³ глицеринового раствора метиленового голубого, приготовленного по п. 4.2.1, с 1 см³ раствора калия гидроксида, приготовленного по п. 4.2.3. Раствор заливают в бюретку соответствующей емкости с подсоединенным к ней тонким, хорошо оттянутым стеклянным носиком. Раствор устойчив в течение 7 дней.

4.2.8. Редуктор с амальгамированным цинком

Редуктором может служить бюретка с притертым краном на конце. Для приготовления амальгамы цинка берут 50 г гранулированного цинка, помещают его в стакан и промывают раствором серной кислоты с массовой долей 5%. Затем слив кислоты, промывают очищенной водой и заливают раствором азотнокислой ртути, приготовленной по п. 4.2.6. Гранулы цинка перемешивают до образования на них блестящего слоя амальгамы. Полученный амальгамированный цинк промывают водой до нейтральной реакции. Приготовленный цинк пересыпают в бюретку-редуктор, заполненную водой; воду сливают, бюретку с цинком заполняют рабочим раствором метиленового голубого. Эту порцию сливают и снова заполняют этим же раствором. Для этого нижний конец бюретки опускают в стакан с раствором метиленового голубого и через верхнее отверстие бюретки, через подсоединенную трубочку, засасывают раствор в бюретку-редуктор. Если заполнять редуктор раствором сверху, то в нем остаются пузырьки воздуха, которые мешают определению. Восстановление реактива до лейкосоединения проходит в течение двух часов. С течением времени процесс амальгамирования замедляется, поэтому периодически (через 10-15 дней) производят переамальга-

мирование цинка.

4.3. Приготовление стандартного раствора метиленового голубого

В мерную колбу вместимостью 500 см³ вводят 4,7 см³ глицеринового приготовленного (по п. 4.2.1) или спиртовоглицеринового (по п. 4.2.2) раствора метиленового голубого и доводят до метки очищенной водой. Полученный синий раствор по интенсивности окраски соответствует концентрации кислорода 100 мкг/дм³.

4.4. Проведение анализа

4.4.1. В пробу воды, отобранную по п. I, если температура жидкости не превышает 25°С, быстро вводят в пробоотборную склянку щелочно-глицериновый восстановленный раствор метиленового голубого. Если же температура отобранной пробы воды превышает 25°С, то пользуются редуктором, заполненным амальгамированным цинком. Для этого вначале из бюретки или бюретки-редуктора выливают примерно 1 см³ восстановленного раствора, а затем быстро погрузив конец бюретки или бюретки-редуктора на 70 мм в горлышко пробоотборной склянки, приоткрыв кран, отмеривают 2,5 см³ раствора, приготовленного по п. 4.2.7 или п. 4.2.2. Под водой склянку плотно закрывают притертой пробкой, вынимают из воды, перемешивают и через 1-2 мин сравнивают окраску пробн с окрасками растворов стандартной шкалы, приведенной в табл.2.

4.5. Приготовление шкалы стандартов

Шкалу стандартов готовят разбавлением стандартного раствора метиленового голубого, содержащего 100 мкг/дм³ O_2 . Для этого в семь мерных колб вместимостью 200 см³ отмеривают 5, 10, 20, 30, 40, 60, 100 см³ стандартного раствора метиленового голубого, в восьмую колбу стандартный раствор не вводят, все колбы доливают очищенной водой до метки. Перемешав растворы, переливают их в склянки и закрывают пробками.

Таблица 2

Объемы стандартного раствора метиленового голубого, см ³ , отмеренные в колбы, вместимостью 200 см ³	Окраска, отвечающая содержанию кислорода, мкг/дм ³
0	0
5	2,5
10	5
20	10
30	15
40	20
60	30
100	50

Шкала устойчива в течение 10 суток при хранении ее в темном месте.

5. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
РАСТВОРЕННОГО КИСЛОРОДА С ПРИМЕНЕНИЕМ
САФРАНИНА "Т"

5.1. Сущность метода основана на окислении бесцветного восстановленного раствора сафранина "Т" растворенным в воде кислородом с образованием окрашенной в розовый цвет окисленной формы сафранина "Т".

Чувствительность метода 1 мкг/дм³.

5.2. Приготовление рабочих
растворов

5.2.1. Раствор серной кислоты с массовой долей 5% в п. 4.2.4

5.2.2. Раствор соляной кислоты концентрации $c(NHCl) = 0,1$ моль/дм³ готовят из фиксаля по прилагаемой к нему инструкции, а раствор соляной кислоты концентрации $c(NHCl) = 0,001$ моль/дм³ готовят точным разбавлением в 100 раз, приготовленной из фиксаля. Растворы устойчивы. Хранят в склянке с притертой пробкой.

5.2.3. Растворитель

Смешивают 100 см³ глицерина и 150 см³ этилового спирта. Раствор устойчив. Хранят в склянке с пробкой.

5.2.4. Аммиачный раствор сенъетовой соли

Растворяют 35 г сенъетовой соли в 200 см³ очищенной воды, добавляют 650 см³ водного раствора аммиака с массовой долей 20% и доводят до 1000 см³ очищенной водой. Раствор устойчив при хранении в холодильнике.

5.2.5. Водный раствор аммиака с массовой долей 20%

В химический стакан вместимостью 500 см³ отмеривают 400 см³ раствора аммиака с массовой долей 25% и доводят до 500 см³ очищенной водой.

Раствор устойчив, его хранят в полиэтиленовом сосуде.

5.3. Приготовление основного и стандартного растворов

5.3.1. Основной раствор сафранина "Т"

В мерной колбе вместимостью 250 см³ растворяют в растворе соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,001$ моль/дм³ 1 г сафранина "Т", высушенного в сушильном шкафу при температуре 105°C до постоянного веса. Объем доливает до метки той же кислотой и перемешивают.

Раствор устойчив, его хранят в склянке с притертой пробкой.

5.3.2. Раствор сафранина "Т" для редуктора

Смешивают 50 см³ основного раствора, 100 см³ растворителя (п. 5.2.3) и 50 см³ аммиачного раствора сеньетовой соли (п. 5.2.4). Смесь тщательно перемешивают.

Раствор устойчив, его хранят в склянке темного стекла.

5.3.3. Стандартный раствор сафранина "Т"

Растворяют 0,1064 г, высушенного при 105°C сафранина "Т", в мерной колбе вместимостью 500 см³ соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,001$ моль/дм³. Полученный раствор разбавляют точно в 10 раз такой же соляной кислотой; 1 см³ такого раствора по интенсивности окраски соответствует 1 мкг O_2 .

5.4. Пр о в е д е н и е а н а л и з а

Перед проведением анализа готовят редуктор по п. 4.2.8, но амальгмированный цинк заполняют раствором сафранина "Т" по п. 5.3.2. После отбора пробы по п. I. в пробоотборную склян-ку вводят 1 см³ лейкосафранина "Т". Для этого из секретки спус-кают 0,5-1,0 см³ раствора, быстро погружают конец редуктора в горлышко пробоотборной склянки на глубину 7-10 мм и, приоткрыв кран, отмеривают 1 см³ раствора лейкосоединения. Под водой склян-ку плотно закрывают, вынимают из ведерка, перемешивают и через 5 мин сравнивают ее окраску с окрасками растворов стандартной шкалы.

5.5. П р и г о т о в л е н и е ш к а л ы
с т а н д а р т о в

В мерные колбы вместимостью 250 см³ вводят стандартный раствор сафранина "Т" (п. 5.3.3), растворитель (по п. 5.2.3) и раствор соляной кислоты концентрации $c(NHCl) = 0,001$ моль/дм³ в соотношениях, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Концентрация кислорода (O ₂) мкг/дм ³	Объем стандартного раствора сафранина "Т", см	Объем растворителя, см	Объем 0,001 моль/дм ³ раствора соляной кислоты, см
2,3	0,5	4,0	245,5
4,0	1,0	4,0	245,0
8,0	2,0	4,0	244,0
10,0	2,5	4,0	243,5
15,0	3,8	4,0	242,2
20,0	5,0	4,0	241,0
30,0	7,5	4,0	238,5

6. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
МИКРОКОНЦЕНТРАЦИЙ КИСЛОРОДА С
ИНДИГОКАРМИНОМ

6.1. Сущность метода основана на связывании в воде кислорода восстановленной формой индигокармина и на сравнении окраски образующего раствора со шкалой стандартов.

Чувствительность метода— 10 мкг/дм³.

6.2. Приготовление рабочих
растворов

6.2.1. Глицериновый раствор индигокармина с глюкозой

Взвешивают 0,180 г предварительно подсушенного при температуре 60⁰С и растертого в ступке до тонкого порошка индигокармина и 2 г глюкозы. Обе навески растворяют в 50 см³ очищенной воды. После растворения добавляют 750 см³ глицерина. Раствор тщательно перемешивают.

Раствор устойчив, его хранят в темном месте.

6.2.2. Раствор калия гидроокиси с массовой долей 37,5%

Растворяют 37,5 г калия гидроокиси в 62,5 см³ очищенной воды.

Раствор устойчив, его хранят в полиэтиленовом сосуде.

6.2.3. Раствор лейкоиндигокармина

В небольшую сыянку вводят 30 см³ раствора индигокармина (по п. 6.2.1) и 20 см³ раствора гидроокиси калия (по п.6.2.2), тщательно перемешивают, заливают в бюретку-редуктор и оставляют до перехода цвета от темно-красного в лимонно-желтый.

В зависимости от температуры пробы на восстановление тре-

С.16 ОСТ 34-70-953.23-92

буется от 40 мин до 2 ч.

Раствор пригоден в течение суток.

6.3. Приготовление растворов имитаторов для шкалы стандартов

6.3.1. Раствор хлорного железа

Растворяют 45,06 г $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ в химическом стакане в 250-300 см³ раствором соляной кислоты с массовой долей 1% и фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Раствор доливают до метки той же соляной кислотой и перемешивают.

Содержание железа в приготовленном растворе определяют объемным трилометрическим методом. Для этого в коническую колбу вводят 1 см³ раствора хлорного железа, доливают до 100 см³ очищенной водой и вводят 5 см³ раствора соляной кислоты концентрации $c(HCl) = 1$ моль/дм³. pH раствора должно быть 1-2. Раствор нагревают до температуры 70°C, прибавляют 0,5 см³ сульфосалициловой кислоты и титруют раствором трилона Б концентрации $c(ди-На-307А) = 0,05$ моль/дм³ до перехода окраски от темноквицевого цвета в лимонно-желтый.

Расчет концентрации (С) хлорного железа в граммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$\left(C_{FeCl_3} \right) = \frac{a \cdot K \cdot 13,516 \cdot 1000}{1000 \cdot V} = \frac{a \cdot K \cdot 13,516}{V},$$

где a - расход раствора трилона Б на титрование, см³;

K - коэффициент раствора трилона Б концентрации c
 $(ди-На-307А) = 0,05$ моль/дм³;

13,516 - количество миллиграммов $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, которому

соответствует 1 см³ трилона Е;

V - объем раствора хлорного железа, взятого на титрование, см³.

6.3.2. Раствор сернокислой меди

Растворяют 62,45 г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ в химическом стакане вместимостью 250-300 см³ в растворе соляной кислоты с массовой долей 1% и фильтруют в мерную колбу на 1000 см³. Раствор доливают до метки той же соляной кислотой и перемешивают. Концентрацию меди проверяют трилонометрическим методом с индикатором "ПаН".

Для этого в коническую колбу вводят 1 см³ приготовленного раствора сернокислой меди, доливают очищенной водой, объем до 100 см³, прибавляют 2 см³ ледяной уксусной кислоты, 4-5 капель раствора индикатора "ПаН", с массовой долей 0,1%, нагревают до 40-45°C и титруют раствором трилона Б концентрации $c(\text{qu-Na-ЭДТА}) = 0,05$ моль/дм³ до перехода красно-фиолетовой окраски в желто-зеленую.

Расчет концентрации сернокислой меди в граммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(C_{CuSO_4}) = \frac{a \cdot K \cdot 12,484}{V},$$

где a - расход раствора трилона Е на титрование, см³;

K - коэффициент раствора трилона Б концентрации

$$c(\text{qu-Na-ЭДТА}) = 0,05 \text{ моль/дм}^3;$$

12,484 - количество миллиграммов $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, которому соответствует 1 см³ трилона Е;

V - объем раствора сернокислой меди, взятого на титрование, см³.

6.3.3. Раствор хлористого кобальта

Растворяют 59,29 г $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в химическом стакане в 250-300 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 1%. Раствор фильтруют в мерную колбу на 1000 см³ и доливают до метки той же соляной кислотой, хорошо перемешивают. Для проверки концентрации кобальта в коническую колбу вместимостью 50-100 см³ вводят 1 см³ приготовленного раствора кобальта (воды не добавляют), 5 см³ аммиачного буферного раствора, 4-6 капель раствора мурексида с массовой долей 0,3% или крупинку сухого мурексида и титруют раствором трилона Б концентрации $c(\text{ди-На-ЭДТА}) = 0,05 \text{ моль/дм}^3$ до перехода желтой окраски в красно-фиолетовую.

Расчет концентрации хлористого кобальта в граммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(C_{\text{CoCl}_2}) = \frac{a \cdot K \cdot 11,896}{V},$$

где a - расход раствора трилона Б на титрование, см³;

K - коэффициент раствора трилона Б концентрации

$$c(\text{ди-На-ЭДТА}) = 0,05 \text{ моль/дм}^3;$$

11,896 - количество миллиграммов хлористого кобальта

$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, которому соответствует 1 см³ трилона Б;

V - объем раствора хлористого кобальта, взятого на титрование, см³.

Все приготовленные растворы имитаторов для шкалы стандартов устойчивы в течение 4-5 мес. при хранении в темном месте.

6.4. Приготовление шкалы стандартов

Для приготовления шкалы стандартов в мерные колбы вместимостью 250 см³ отмеривают указанные в табл. 4 дозировки растворов. Затем добавляют 2 см³ концентрированной соляной кислоты, доливают до метки очищенной водой и перемешивают. Из мерных колб растворы переливают в склянки с притертыми пробками, в которых проводится определение кислорода.

Таблица 4

№ стандарт-тсв	Соответствующая концентрация мкг/дм ³	Дозировки растворов при поправочном коэффициенте 1 на объем 250 см ³			Цвет эталонного раствора
		Раствор хлорного железа (FeCl ₃), см ³	Раствор хлористого кобальта (CoCl ₂), см ³	Раствор сернистой меди (CuSO ₄), см ³	
I	0	29,14	0,62	0	светло-желтый
2	10	10,43	5,21	0	желто-оранжевый
3	15	8,32	7,82	0	оранжевый
4	20	4,66	10,65	0	оранжево-розовый
5	30	2,89	12,43	0	розово-красный
6	40	2,00	13,10	1,77	пурпурно-красный
7	60	0,88	18,42	14,0	красновато-пурпурный
8	80	0,22	24,42	22,2	пурпурный
9	100	0,0	24,86	37,74	пурпурно-синий
10	120	0,0	18,87	45,54	пурпурно-синий
11	140	0,0	10,00	53,34	синие-лиловый

Поправочные коэффициенты растворов стандартов K_{FeCl_3} , K_{CuSO_4} , K_{CoCl_2} вычисляют делением точно определенной концентрации (С) в граммах на кубический дециметр по п. 6.3.1 на соответствующие навески

$$K_{FeCl_3} = \frac{(C_{FeCl_3})}{45,05}; \quad K_{CuSO_4} = \frac{(C_{CuSO_4})}{62,45}; \quad K_{CoCl_2} = \frac{(C_{CoCl_2})}{59,24};$$

Перерасчет дозировки растворов производят делением количества растворов, указанных в табл. 4, на соответствующие поправочные коэффициенты.

шкала устойчива в течение месяца.

6.5. Пр о в е д е н и е а н а л и з а

В пробу, отобранную по п. 1, осторожно под водой вводят раствор лейкоиндигокармина. Для этого из бюретки-редуктора сливают 0,5-1,0 см³ раствора, быстро погружают конец редуктора в горлышко пробосторонней склянки на глубину 7-10 мм и, приоткрыв кран, отмеривают 2,5 см³ раствора лейкоиндигокармина. Под водой склянку плотно закрывают, вынимают из ведерка, перемешивают содержимое и сравнивают окраску пробы со шкалой стандартов (табл. 4).

Сравнение окраски проб со стандартными растворами проводят при дневном освещении или при лампе дневного света. Сравнение при электрическом освещении с обычными лампами искажает результаты определения. На результаты анализа оказывает влияние присутствие в воде железа. Это влияние устраняется добавлением 0,1 г фтористого натрия в 100 см³ лейкосоединения.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Суммарная погрешность при визуально-колориметрических методах составляет ±15%.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Минтопэнерго РФ от 30.II.92 № 189а
2. ИСПОЛНИТЕЛИ Ю.М.Кострикин, д.т.н., Н.М.Калинина, О.М.Штерн, С.Ю.Петрова, Г.К.Корицкий, Л.Н.Федешева (ВТИ)
3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН в Центральном государственном фонде стандартов и технических условий за № 8437260 от 28.I2.92
4. Срок первой проверки - 1998 г., периодичность проверки - 5 лет
5. ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М.: СПО Союзтехэнерго, 1979) в части определения растворенного кислорода (разделы 26, 27)
6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которое ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисление приложений
ГОСТ 61-75	2
ГОСТ 435-77	2
ГОСТ 612-75	2
ГОСТ 1770-74	2
ГОСТ 3118-77	2
ГОСТ 3760-79	2
ГОСТ 4147-74	2
ГОСТ 4165-78	2
ГОСТ 4202-75	2
ГОСТ 4204-77	2
ГОСТ 4232-74	2

С.22 ОСТ 34-70-953.23-92

<u>Обозначение НТД, на которые ссылка</u>	<u>Номер пункта, подпункта, перечисленные приложений</u>
ГОСТ 4328-77	2
ГОСТ 4463-76	2
ГОСТ 4478-78	2
ГОСТ 4520-78	2
ГОСТ 4525-77	2
ГОСТ 5845-79	2
ГОСТ 6038-79	2
ГОСТ 10163-76	2
ГОСТ 18300-87	2
ГОСТ 20292-74	2
ГОСТ 24104-88	2
ГОСТ 25336-82	2
ОСТ 6-01-301-74 (ос.ч. I8)	2
ОСТ 34-70-953.I-88	I
ОСТ 34-70-953.2-88	2
ТУ 6-09-29-76	2
ТУ 6-09-714-71	2
ТУ 6-09-1040-71	2
ТУ 6-09-2540-87	2
ТУ 6-09-4530-77	2

Печ. л. 3,25. Тираж 1000 экз. Заказ № 111