

РАЗРАБОТАН Уральским филиалом ВТИ им.Ф.Э.Дзержинского

ИСПОЛНИТЕЛИ И.Ф.Боднар, Р.К.Гронский

УТВЕРЖДЕН Главным научно-техническим управлением по
эксплуатации энергосистем
" 30 " ноября 1988 г.

Заместитель начальника

А.П.БЕРСЕНЕВ

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО СТАБИЛИЗАЦИОННОЙ
ОБРАБОТКЕ ОХЛАЖДАЮЩЕЙ ВОДЫ В ОБОРОТНЫХ
СИСТЕМАХ ОХЛАЖДЕНИЯ С ГРАДИРНЯМИ
ОКСИЭТИЛДИЕНДИФОСФОВОЙ КИСЛОТЫ

РД 34.22.503-89

Срок действия установлен

с 01.07.89

до 01.07.94

Настоящие Методические указания устанавливают порядок проведения работ по применению оксиэтилдиендифосфовой кислоты для обработки охлаждающей воды в оборотных системах охлаждения на тепловых электростанциях.

Методические указания предназначены для эксплуатационного и наладочного персонала.

С выпуском настоящих Методических указаний утрачивают силу "Руководящие указания по стабилизационной обработке охлаждающей воды в оборотных системах охлаждения с градирнями оксиэтилдиендифосфовой кислотой" (М.: СПО "Советэнерго", 1981).

Издание официальное

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. При эксплуатации оборотных систем с градирнями за счет концентрирования солей, в том числе солей жесткости, и удаления углекислоты в градирнях достигается пересыщение воды по карбонату кальция, что приводит к образованию накипи в трубках конденсаторов. Наличие отложений приводит к ухудшению теплообмена и вакуума в конденсаторах, перерасходу топлива, требует проведения периодических химических очисток конденсаторов.

1.2. Основным мероприятием по борьбе с загрязнением трубок конденсаторов минеральными отложениями следует считать обработку воды стабилизирующими реагентами, так как при периодических химических очистках в межпромывочный период конденсаторы работают с ухудшенным вакуумом.

1.3. Обработка воды оксэтилендиэффоновой кислотой (ОЭДФ) позволяет предотвратить образование минеральных отложений в трубках конденсаторов при карбонатной жесткости циркуляционной воды до 7,5 мг-экв/кг. В зависимости от значения карбонатной жесткости концентрация ОЭДФ в воде составляет 0,25-2,0 мг/кг.

1.4. По сравнению с обработкой воды неорганическими полифосфатами при обработке ОЭДФ допускается повышение коэффициента упаривания и соответствующее снижение подпитки и продувки: ОЭДФ расходуются в 5-10 раз меньше, чем неорганические полифосфаты. Стойкость ОЭДФ к гидролизу исключает образование фосфатного илама. Введение ОЭДФ в рекомендуемом количестве не приводит к изменению pH воды.

1.5. По сравнению с подкислением воды серной кислотой при обработке ОЭДФ практически не увеличивается минерализация воды и не усиливаются её коррозионно-агрессивные свойства. Расход ОЭДФ в 100-200 раз меньше, чем серной кислоты, что упрощает тран-

спортировку, хранение и дозирование реагента.

1.6. Обработка ОЭДФ не предотвращает образования биологических и вязких отложений. Поэтому при необходимости обработка воды ОЭДФ должна сочетаться с другими способами (хлорированием, шариковой очисткой и др.) в соответствии с "Руководящими указаниями по предотвращению образования минеральных и органических отложений в конденсаторах турбин и их очистке" (М.: СПО ОРГЭС, 1975).

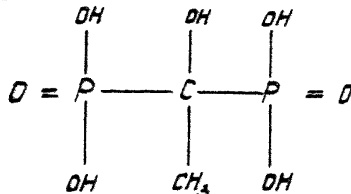
1.7. Целесообразность обработки воды ОЭДФ должна определяться на основании технико-экономических расчетов с учетом других способов предотвращения накипеобразования (подкисления, фосфатирования, рекарбонизации и др.). При расчетах следует учитывать, что при сокращении подпитки и продувки, допускаемом при обработке воды ОЭДФ, возрастает минерализация воды.

1.8. При работе с ОЭДФ должны соблюдаться действующие "Правила техники безопасности при обслуживании оборудования химических цехов электростанций и сетей", а также меры предосторожности, приведенные в рекомендуемом приложении I.

2. СВОЙСТВА ОЭДФ

2.1. Оксидиэтилдифосфоновая кислота относится к классу дифосфоновых кислот, обладающих высокой комплексообразующей способностью и стойкостью к гидролизу.

Формула ОЭДФ:



Оксидэтилендифосфовая кислота представляет собой белый кристаллический порошок, хорошо растворимый в воде (до 60 г на 100 г растворителя при комнатной температуре). Температура плавления 198-199°C. Константы кислотной диссоциации: $pK_1 = 1,7$, $pK_2 = 2,47$, $pK_3 = 7,28$, $pK_4 = 10,29$, $pK_5 = 11,13$.

2.2. В растворах, пересыщенных по карбонату кальция, ОЭДФ образует прочный комплекс с ионами Ca^{2+} (константа устойчивости $pK = 15,99$). В виде тетракальциевого комплекса ОЭДФ сорбируется поверхностью ранее образовавшихся кристаллов и образующихся зародышей кристаллов карбоната кальция и препятствует их направленному росту и агломерации. Отсутствие активных центров кристаллизации за счет блокирования поверхности кристаллов обеспечивает поддержание раствора в пересыщенном состоянии без выделения накипи.

2.3. При температуре, характерной для оборотных систем охлаждения конденсаторов турбин, ОЭДФ не подвергается гидролитическому разложению и сохраняет стабилизирующие свойства.

2.4. Гидролитическое разложение ОЭДФ наблюдается только при температуре более 200°C с образованием ортофосфорной кислоты и этанола:



2.5. В условиях оборотных систем охлаждения ОЭДФ находится в виде комплексного соединения с ионами Ca^{2+} , что снижает реакционную способность этого соединения как комплексобразователя по отношению к конструкционным материалам. Так, при концентрации ОЭДФ до 5 мг/кг коррозионно-агрессивные свойства воды по отношению к цветным металлам и сплавам, нержавеющей и углеродистой стали практически не изменяются.

2.6. Хлор и его производные, используемые для предотвращения биологических обрастаний, не оказывают влияния на стабилизирующие

свойства ОЭДФ. В присутствии ОЭДФ улучшается защитное действие ингибиторов коррозии.

2.7. Наличие ОЭДФ в воде, подвергаемой умягчению известкованием, вызывает торможение кристаллизации карбоната кальция за счет сорбирования ОЭДФ на поверхности кристаллов. Заметное ухудшение процесса умягчения наблюдается при концентрации ОЭДФ более 1 мг/кг. Остаточное содержание ОЭДФ в умягченной воде обычно не превышает 0,1 мг/кг.

2.8. Обработка воды ОЭДФ несовместима с магнитной обработкой. ОЭДФ тормозит рост кристаллов, генерируемых в магнитном поле, что подавляет эффект магнитной обработки. Появление новых кристаллов при магнитной обработке приводит к потере ОЭДФ за счет сорбирования на поверхности кристаллов.

3. РЕЖИМ ОБРАБОТКИ ВОДЫ

3.1. При обработке воды ОЭДФ необходимо наладить режим подпитки и продувки циркуляционной системы, исключаяй резкие изменения расхода продувочной воды, что упростит поддержание заданной концентрации реагента. Если невозможно обеспечить равномерную продувку, дозировку ОЭДФ следует рассчитывать с учетом максимального возможного коэффициента упаривания для гарантии безнакипного режима.

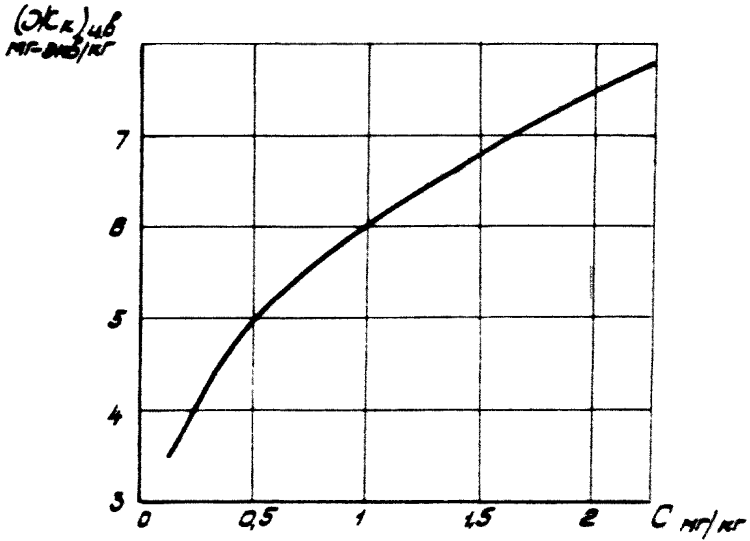
3.2. Требуемая концентрация ОЭДФ определяется в зависимости от карбонатной жесткости циркуляционной воды (черт. I). При отсутствии стабилизации воды перед началом обработки ОЭДФ карбонатная жесткость циркуляционной воды $(Ж_k)_{ч.б.}$ за счет осаждения карбоната кальция не соответствует расчетному значению $(Ж_k)_{расч.}$

$$(Ж_k)_{ч.б.} < (Ж_k)_{расч.},$$

где

$$(Ж_k)_{расч.} = \varphi (Ж_k)_{доб.};$$

Зависимость требуемой концентрации ОЭДФ С
от карбонатной жесткости циркуляционной
воды ($K_{\text{к.в}}$)



Черт. I.

φ - коэффициент упаривания воды;

$(Жк)_{доб}$ - карбонатная жесткость добавочной воды, мг-экв/кг.

В этом случае требуемую концентрацию ОЭДФ следует выбрать по расчетному значению карбонатной жесткости $(Жк)_{расч}$.

Если продувочная вода сбрасывается в водоем хозяйственно-питьевого и культурно-бытового пользования, карбонатная жесткость циркуляционной воды поддерживается не более 5,2 мг-экв/кг; при сбросе в рыбохозяйственный водоем - до 5,8 мг-экв/кг. При этом требуемая для стабилизации воды концентрация ОЭДФ не превышает ЦДК (см.п.6.2).

3.3. При необходимости сокращения подпитки и продувки циркуляционной системы допустимый коэффициент упаривания при обработке воды ОЭДФ определяется по формуле

$$\varphi_{доп} = \frac{(Жк)_{доп}}{(Жк)_{доб}},$$

где

$(Жк)_{доп}$ - допустимая карбонатная жесткость циркуляционной воды при выбранном режиме обработки (черт.1) Необходимый расход добавочной воды (м³/ч) определяется по формуле

$$D_{доб} = \frac{\varphi_{доп}}{\varphi_{доп} - 1} D_{исп},$$

где $D_{исп}$ - потери воды с испарением в градирнях, м³/ч.

Продувка (м³/ч) составляет

$$D_{прод} = D_{доб} - D_{исп} - D_{к.у.},$$

где $D_{к.у.}$ - потери воды с капельным уносом в градирнях, м³/ч.

Оптимальный режим подпитки и продувки определяется путем сравнения нескольких вариантов обработки воды по заданным (не более 7,5 мг-экв/кг) значениям карбонатной жесткости циркуляционной воды $(Жк)_{доп}$.

Снижение подпитки и продувки требует увеличения концентрации ОЭДФ ввиду повышения карбонатной жесткости циркуляционной

воды. Оптимальный режим подбирается на основании сравнения различных вариантов, приемлемых для данной электростанции.

Если при принятом режиме подпитки и продувки карбонатная жесткость циркуляционной воды будет превышать 7,0 мг-эква/кг в течение значительного времени (более 2-х месяцев в году), целесообразно сочетать обработку ОЭДФ с подкислением серной кислотой. При этом жесткость циркуляционной воды поддерживается на уровне 5,0-6,0 мг-эква/кг. Комбинированная обработка позволяет снизить расход ОЭДФ при относительно небольшом расходе серной кислоты и может применяться при наличии ограничений по концентрации ОЭДФ в продувочной воде.

3.4. В начале обработки ОЭДФ вводится в количестве (кг), определяемом по формуле

$$B = 2 V \cdot C \cdot 10^{-3},$$

где V - объем воды в циркуляционной системе, m^3 ;

C - заданная концентрация ОЭДФ (черт.1) мг/кг.

3.5. В дальнейшем реагент вводится непрерывно для поддержания заданной концентрации с расходом (кг/ч), равным

$$D = \frac{D_{\text{доб}} \cdot C}{\varphi} \cdot 10^{-3}.$$

Суточный расход ОЭДФ (кг/сут) составляет

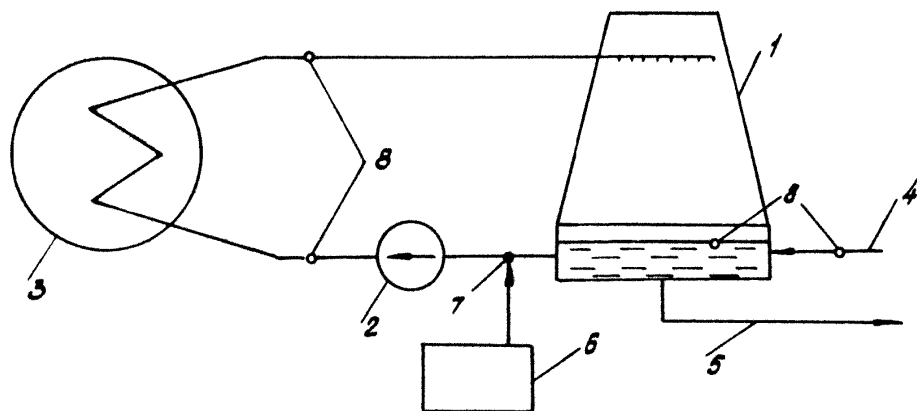
$$D_{\text{сут}} = \frac{D_{\text{доб}} \cdot C}{41,7 \cdot \varphi}.$$

3.6. Оксидэтилендифосфоновая кислота дозируется в циркуляционную систему в виде 0,1 - 10%-ного раствора в точку, где обеспечивается постоянный проток и последующее перемешивание со всем объемом воды (черт.2).

Концентрация рабочего раствора ОЭДФ (%) рассчитывается по формуле

$$C_{p,p} = \frac{C \cdot D_{\text{доб}}}{10 \cdot a \cdot \varphi_{\text{дон}}},$$

Схема ввода ОЭДФ в циркуляционную систему



1 - градирня; 2 - циркуляционный насос; 3 - конденсатор;
4 - подпиточный трубопровод; 5 - продувка; 6 - установка для приготовления и дозирования раствора ОЭДФ;
7 - рекомендуемая точка ввода ОЭДФ; 8 - другие возможные точки ввода ОЭДФ.

Черт.2.

где q - подача насоса-дозатора, $\text{дм}^3/\text{ч}$.

3.7. При изменениях карбонатной жесткости добавочной воды или режима эксплуатации системы охлаждения, влекущего за собой изменение карбонатной жесткости циркуляционной воды, производится корректировка дозирования ОЭДФ в соответствии с (черт. I). В переходные периоды допускаются отклонения концентрации ОЭДФ от расчетной не более чем на 20%; при стабильной работе - до 10%.

4. УСТАНОВКА ДЛЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ И ДОЗИРОВАНИЯ РАСТВОРА ОЭДФ

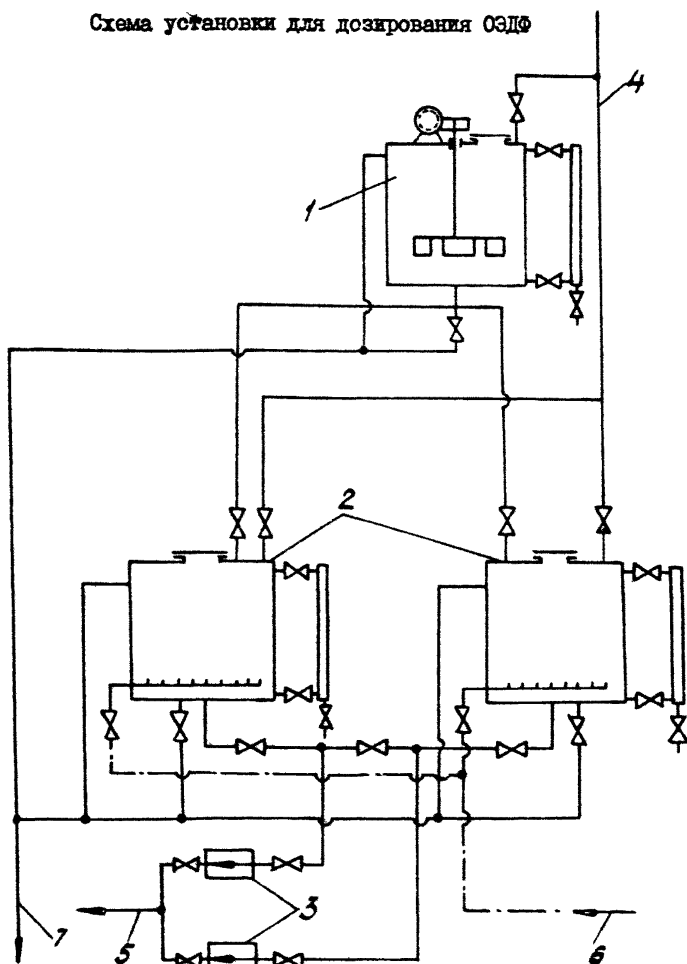
4.1. Приготовление и дозирование раствора ОЭДФ производится с помощью установки, схема которой приведена на (черт. 3) Установка изготавливается по проекту УралВТИ, к которому прилагается инструкция по эксплуатации установки.

4.2. Порошкообразный реагент растворяется в баке-мешалке вместимостью 1 м^3 . Мешалка лопастного типа с приводом от электродвигателя через редуктор. Частота вращения лопастей 14 об/мин. Для контроля за уровнем раствора установлено водомерное стекло. Бак снабжен дренажной и переливной линиями. Бак-мешалка имеет линию, связывающую его с баками рабочего раствора для подачи в последние концентрированного раствора самотеком. Для растворения реагента подведен конденсат турбины или обессоленная вода.

4.3. Баки рабочего раствора вместимостью по $1,2 \text{ м}^3$ также снабжены водомерными стеклами, дренажными и переливными линиями. Для контроля за нижним уровнем в баках установлены датчики уровня.

Для разбавления концентрированного раствора подается конденсат турбины или обессоленная вода. К бакам подводится сжатый воздух для перемешивания при приготовлении рабочего раствора.

Схема установки для дозирования ОЗДФ



1 - бак-мешалка ($V = 1 \text{ м}^3$); 2 - бак рабочего раствора ($V = 1,2 \text{ м}^3$); 3 - насос-дозатор НД 63/16; 4 - конденсат или обессоленная вода; 5 - в циркуляционную систему; 6 - сжатый воздух; 7 - в канализацию.

Черт.3.

4.4. Баки рабочего раствора имеют связь с насосами-дозаторами, подающими раствор в циркуляционную систему. Схема позволяет при ручном управлении подавать раствор одним из насосов из любого бака рабочего раствора.

4.5. Установка снабжена элементами автоматики, обеспечивающими непрерывную равномерную подачу рабочего раствора в обрабатываемую воду, а также упрощение эксплуатации установки.

Привод мешалки связан с реле времени, обеспечивающим отключение привода мешалки через заданный промежуток времени после начала перемешивания. Датчики нижнего уровня в баках рабочего раствора имеют связь с приводом насосов-дозаторов. При опорожнении одного из баков осуществляется автоматическое переключение насосов, обеспечивающее подачу рабочего раствора из второго бака.

На щите управления размещены сигнальные лампочки, связанные с датчиками нижнего уровня в баках рабочего раствора. При достижении нижнего уровня загорается лампочка, сигнализируя о необходимости приготовления раствора в одном из баков рабочего раствора.

4.6. С учетом того, что концентрированные растворы ОЭДФ обладают коррозионно-активными свойствами, установка выполняется из нержавеющей стали. Допускается изготовление баков из легированной стали с условием, что на внутренние поверхности будет нанесено коррозионно-стойкое защитное покрытие, например, эпоксидная шпатлевка.

4.7. Концентрированный раствор ОЭДФ готовится 1 раз в 10 дней. Количество загружаемой ОЭДФ (кг) определяется по формуле

$$B_{загр} = 10 D_{сут}$$

Примечание: Если $B_{загр} > 200$ кг, необходимо готовить концентрированный раствор с периодичностью (сут) $\tau \leq 200 / D_{сут}$. Значение τ округляется до целого числа. Для приготовления рабочего раствора в этом случае используется $1000 / \tau$ дм³ концентрированного раствора

4.8. Для приготовления концентрированного раствора необходимо наполовину заполнить бак-мешалку конденсатом, включить мешалку и засыпать через лок расчетное количество реагента. В процессе перемешивания довести объем раствора до 1 м^3 подачи конденсата. Мешалка останавливается автоматически через заданный промежуток времени. Продолжительность перемешивания зависит от количества загружаемого реагента и устанавливается при наладке (обычно 15-30 мин).

Примечание. Применение технической воды для приготовления растворов ОЭДФ нецелесообразно, так как в этом случае реагент будет частично расходоваться на умягчение воды с образованием осадка в виде кальциевого комплекса ОЭДФ.

4.9. Для приготовления рабочего раствора необходимо подать 100 дм^3 (см. примечание к п.4.7) концентрированного раствора в бак рабочего раствора (раствор поступает самотеком при открытии соответствующего вентиля) и довести объем до $1,2 \text{ м}^3$ подачи конденсата; далее раствор в баке необходимо перемешать сжатым воздухом. Первоначально рабочий раствор готовится в обоих баках.

4.10. При включении одного насоса-дозатора рабочий раствор из соответствующего бака подается в циркуляционную систему. Каждый насос настраивается на подачу $50 \text{ дм}^3/\text{ч}$.

4.11. При автоматическом управлении работой насосов-дозаторов после снижения уровня раствора в баке до минимального насос-дозатор автоматически останавливается и включается второй насос-дозатор. При этом раствор подается в циркуляционную систему из второго бака. На щите загорается лампочка, сигнализирующая о том, что один бак пустой. В течение суток необходимо приготовить рабочий раствор в опорожнившемся баке. После израсходования раствора из второго бака происходит аналогичное переключение насосов и на щите загорается лампочка.

4.12. При необходимости замены или ремонта одного из насосов-

дозаторов управление переводится на ручное. Схема позволяет одним насосом-дозатором подавать рабочий раствор в циркуляционную систему как из первого, так и из второго бака.

5. КОНТРОЛЬ ЗА ОБРАБОТКОЙ ВОДЫ

5.1. При обработке воды производится анализ циркуляционной воды на содержание ОЭДФ. В случае отклонения содержания ОЭДФ от заданного корректировка производится изменением подачи насоса-дозатора или количества загружаемого реагента (корректировка *Дсут.*).

5.2. Эффективность обработки оценивается путем сравнения карбонатной жесткости циркуляционной воды $(Ж_k)_{ц.б.}$ с расчетным значением $(Ж_k)_{расч} = \varphi (Ж_k)_{доб.}$

где φ - коэффициент упаривания воды, определяемый по формуле

$$\varphi = \frac{(СЕ)_{ц.б.}}{(СЕ)_{доб.}}$$

Здесь $(СЕ)_{ц.б.}$ и $(СЕ)_{доб.}$ содержание хлоридов в циркуляционной и добавочной воде, мг/кг;

$(Ж_k)_{доб.}$ - карбонатная жесткость добавочной воды, мг-эquiv/кг.

Выполнение условия $\Delta Ж_k = (Ж_k)_{расч} - (Ж_k)_{ц.б.} \leq 0,3$ мг-эquiv/кг свидетельствует об отсутствии накипеобразования в трубках конденсаторов.

5.3. Если $\Delta Ж_k > 0,3$ мг-эquiv/кг, возможно осаждение мелкокристаллического карбоната кальция, выделяющегося в объеме воды, на поверхности трубок конденсаторов в виде рыхлых отложений. В этом случае необходимо выяснить и устранить причины, вызвавшие нарушение режима обработки воды.

Примечание. При отсутствии ОЭДФ в циркуляционной воде плотная накипь карбоната кальция образуется даже при $\Delta Ж_k < 0,3$ мг-эquiv/кг.

5.4. Эффективность обработки оценивается также по состоянию поверхностей теплообмена конденсаторов. В начальный период осмотр

производится через 3-4 месяца. При наличии накипи необходимо скорректировать режим обработки воды.

5.5. При эксплуатации системы охлаждения в неизменном режиме и стабильной подаче ОЭДФ контроль в соответствии с пп.5.1 и 5.2 достаточно производить 1 раз в неделю.

6. ВЛИЯНИЕ ОЭДФ НА ЗАГРЯЗНЕНИЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

6.1. Оксидэтилендифосфоновая кислота не проявляет кумулятивных свойств при попадании в водоемы. Это объясняется способностью некоторых микроорганизмов расщеплять молекулу ОЭДФ с помощью выделяемых ферментов и потреблять фосфор. Несмотря на то, что в первую очередь потребляется фосфор из неорганических соединений, наличие процесса разрушения ОЭДФ под действием бактерий исключает ее накопление в водоемах. Это позволяет сбрасывать продувочную воду, содержащую ОЭДФ, в природные водоемы при соблюдении требований санитарных органов.

6.2. Предельно допустимая концентрация оксидэтилендифосфоновой кислоты для водоемов санитарно-бытового назначения 0,6 мг/кг (Перечень № 29-32-83 ПДК и ОБУВ в воде веществ в водных объектах хозяйственно-питьевого и культурно-бытового пользования МЗ СССР), для рыбохозяйственных водоемов - 0,9 мг/кг (Дополнительный перечень № 30-11-11 Главрыбвода к приложению № 3 "Правил охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами").

6.3. Для уменьшения загрязнения водоемов продувочную воду циркуляционной системы целесообразно использовать в цикле тепловой электростанции.

6.4. На тепловых электростанциях, сжигающих твердое топливо, продувочную воду можно использовать для подпитки оборотной системы гидрозолаудаления. Оксидэтилендифосфоновая кислота сор-

бирается золой и практически полностью удалится при последующем осветлении воды.

6.5. Использовать продувочную воду системы охлаждения в качестве исходной для водоподготовительной установки можно при наличии стадии известкования. Ввиду малой растворимости тетракальцевого комплекса ОЭДФ, образующегося при $\text{pH} \approx 10,0$, в осветленной воде соединения ОЭДФ практически отсутствуют. Для исключения отрицательного воздействия ОЭДФ на процесс кристаллизации карбоната кальция в осветлителях концентрацию её в циркуляционной воде целесообразно поддерживать на уровне $0,5-1,0$ мг/кг (карбонатная жесткость $5,0-6,0$ мг-экв/кг).

Примечание. Обработка воды ОЭДФ позволяет сократить подпитку и продувку циркуляционной системы и повысить степень концентрирования солей в циркуляционной воде. Использование воды с повышенной минерализацией в качестве исходной для водоподготовительной установки приведет к увеличению затрат на очистку воды. Увеличение подпитки и продувки циркуляционной системы для снижения степени концентрирования солей вызовет непроизводительные потери ОЭДФ с продувочной водой. Поэтому в каждом конкретном случае целесообразность использования продувочной воды в качестве исходной для водоподготовительной установки должна определяться на основании технико-экономических расчетов.

Приложение I
рекомендуемое

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С ОЭДФ

1. Оксидэтилендифосфоновая кислота поставляется в виде кристаллического порошка, который может расплываться при загрузке. Технический реагент имеет характерный запах, обусловленный наличием примеси летучих веществ (уксусная кислота). В реагенте, выпускаемом по ТУ 6-09-5372-87 (товарное название ОЭДФ-МА) содержание уксусной кислоты снижено и не превышает 2%. Вдыхание воздуха, загрязненного пылью ОЭДФ, вызывает раздражение верхних дыхательных путей. Попадание концентрированного раствора ОЭДФ на кожу или в глаза может вызвать ожоги, так как растворы имеют кислую реакцию. Такое же действие вызывает попадание на кожу кристаллического порошка и последующее увлажнение.

2. Место, где находится установка для приготовления и дозирования раствора ОЭДФ, должно быть ограждено и хорошо освещено. К установке должна быть подведена водопроводная вода.

3. При разливе концентрированного раствора ОЭДФ его необходимо нейтрализовать известью.

4. При загрузке ОЭДФ в бак-мешалку необходимо пользоваться защитными очками во избежание попадания раствора в глаза при разбрызгивании, а также респиратором.

5. При попадании кислого раствора на кожу или в глаза необходимо пораженное место промыть водой, а затем соответствующим раствором бикарбоната натрия (2%-ный раствор для нейтрализации раствора, попавшего на кожу, и 0,5%-ный для промывки глаз).

6. При приготовлении растворов не допускается присутствие постороннего персонала.

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОЭДФ

Сущность метода

Метод основан на предварительном разложении вещества в целях перевода его в форму ортофосфата и в последующем фотоколориметрическом определении концентрации ортофосфат-иона по реакции восстановления фосфорномолибденовой гетерополиокислоты. Разложение ОЭДФ осуществляется при нагревании в присутствии персульфата аммония.

Посуда и аппаратура

1. Химические стаканы вместимостью 100 см³.
2. Мерные колбы вместимостью 50 см³.
3. Бurette для раствора хлористого олова вместимостью 100 см³ (без стеклянного крана).
4. Пипетки.
5. Фотоэлектроколориметр КЭК-2, кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм.
6. Электрическая плитка.

Реактивы и растворы

1. Все растворы готовят на обессоленном турбинном конденсате.
2. Персульфат аммония, "х.ч.", 1%-ный раствор.
3. Оксиквартцдифосфоновая кислота, "ч.", водный раствор с концентрацией 100 мг/дм³. Раствор устойчив. Рабочий раствор с концентрацией 10 мкг/см³ ОЭДФ готовят разбавлением запасного раствора в 10 раз.

4. Раствор серной кислоты, 180 см^3 концентрированной серной кислоты (плотность 1,84) прибавляют к 820 см^3 воды.

5. Аммоний молибденовокислый, "х.ч.", 5%-ный водный раствор.

6. Олово хлористое, "ч.д.а.", концентрация раствора 10 г/дм^3 . В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 г стружек металлического олова, "ч.д.а.", вливают 40 см^3 концентрированной соляной кислоты и 1 см^3 5%-ного раствора сернокислой меди, "х.ч.". Колбу с содержимым погружают в кипящую водяную баню до полного растворения металлического олова, затем содержимое разбавляют водой до 100 см^3 . Приготовленный раствор переливают через воронку с ватым тампоном в бюретку вместимостью 100 см^3 . Затем в бюретку заливают $2-3 \text{ см}^3$ вазелинового масла. По мере израсходования раствора в бюретку заливают свежий раствор. При этом вазелиновое масло всегда всплывает вверх и защищает раствор от окисления. При выполнении анализа первые капли раствора отбрасывают, а в пробу дозируют только свежие неокисленные капли хлористого олова.

9. Калий фосфорнокислый однозамещенный, "х.ч.", стандартный раствор, содержащий $100 \text{ мкг/см}^3 \text{ PO}_4^{3-}$. Навеску $0,1432 \text{ г}$ K_2PO_4 растворяют в 1 дм^3 воды. Рабочий раствор готовят путем разбавления запасного раствора водой в 10 раз.

Ход определения

В термостойкий химический стакан вместимостью 100 см^3 помещают $10-40 \text{ см}^3$ анализируемой воды с содержанием не более 50 мкг $\text{O}_3\text{Дф}$, разбавляют до 40 см^3 обессоленным конденсатом, прибавляют 2 см^3 раствора персульфата аммония. Стакан помещают на плитку, нагревают и кипятят до остаточного объема примерно 10 см^3 . После охлаждения содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 прибавляют 5 см^3 раствора серной кислоты и 2 см^3 раствора аммония

моллибденовокислого, перемешивают, разбавляют до 40 см³ обессоленным конденсатом, вновь тщательно перемешивают. Через 2-3 мин вводят 10 капель раствора хлористого олова, перемешивают, доводят объем раствора обессоленным конденсатом до 50 см³, перемешивают и через 5 мин производят измерение оптической плотности окрашенного в синий цвет раствора на КФК-2 с красным светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 50 мм относительно обессоленного конденсата. Содержание ОЭДФ в пробе находят по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика

В ряд химических термостойких стаканов вместимостью 10 см³ помещают 0 (холостая проба); 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 см³ рабочего стандарта раствора ОЭДФ, что соответствует содержанию 0; 5; 10; 20; 30; 40; 50 мкг ОЭДФ, разбавляют обессоленным конденсатом до 40 см³ прибавляют 2 см³ раствора персульфата аммония, нагревают растворы на плитке и кипятят до остаточного объема ~ 10 см³.

После охлаждения содержимое стаканов переносят в мерные колбы вместимостью 50 см³ и вводят реактивы для определения фосфатов.

Ход определения ОЭДФ в присутствии ортофосфатов или неорганических полифосфатов

В анализируемой воде наряду с ОЭДФ могут присутствовать ортофосфаты или неорганические полифосфаты. При анализе такой воды по описанной выше методике с разложением пробы найденное значение содержания ортофосфат-иона будет суммарным, включающим количество имеющихся в воде неорганических фосфатов и образующихся в результате разложения ОЭДФ.

Последовательность операций при анализе в этом случае следу-

шая. В одной части анализируемой воды определяют общее содержание ортофосфат-иона по методике с предварительным разложением в присутствии персульфата аммония. В другой части определяют содержание присутствующих совместно с ОЭДФ неорганических фосфатов или полифосфатов. С этой целью пробу воды 25-50 см³ подвергают кипячению в течение 5-10 мин в присутствии соляной кислоты, которую вводят из 2 см³ концентрированной соляной кислоты на 100 см³ пробы воды. Затем содержимое нейтрализуют раствором гидроксида натрия 0,1 н до рН = 5-6 (по универсальной индикаторной бумаге) и приступают к определению содержания PO_4^{-3} по обычной методике. Содержание ортофосфат-иона в пробе находят по калибровочному графику, построенному по рабочему стандартному раствору однозамещенного ортофосфата калия. Вследствие высокой устойчивости фосфонатов при этом способе минерализации пробы воды ОЭДФ не разлагается до ортофосфат-иона.

Для нахождения содержания ОЭДФ в анализируемой воде необходимо из общего содержания PO_4^{-3} , найденного по методике с разложением, вычесть содержание PO_4^{-3} , определенное после кипячения пробы в присутствии соляной кислоты.

ОГЛАВЛЕНИЕ

1. Общие положения	4
2. Свойства ОЗДФ	5
3. Режим обработки воды	7
4. Установка для приготовления и дозирования ОЗДФ	12
5. Контроль за обработкой воды	16
6. Влияние ОЗДФ на загрязнение окружающей среды	17
Приложение 1. Меры предосторожности при работе с ОЗДФ	19
Приложение 2. Методика определения содержания ОЗДФ	20

Отдел научно-технической информации

Ротапринт ВТИ им. Ф.Э.Дзержинского

Заказ № 411 Тираж 630 экз.

Уч. изд. л. - I Цена 25 коп.