НОРМАТИВНО-
ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ
ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ
И КОТЕЛЬНЫХ

ОТРАСЛЕВЫЕ СТАНДАРТЫ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА

Определение взвешенных веществ, сухого и прокаленного остатка, цинка, хлоридов, нитритов, нефтепродуктов

ОСТ 34-70-953.13—90÷
ОСТ 34-70-953.18—90

Издание официальное

Москва 1993

экземпляр первый

УДК 621.182.1:546 Л 09

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.

ОСТ 34-70-953.16—90

Методы определения хлоридов

ОКСТУ 0109

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает методы определения хлоридов в питательной и котловых водах барабанных котлов, а также в питательной воде, конденсате и паре прямоточных котлов.

Методы могут быть использованы при анализе производственных 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;

бюретки для титрования вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 20292—74;

пипетки измерительные градуированные на 1, 2, 5, 10, 25, 50 и 100 $см^3$ по ГОСТ 20292—74;

колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

колбы конические с пришлифованными пробками вместимостью 250 и 500 $см^3$ по ГОСТ 25336—82.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

ртуть (II) азотно-кислая I-водная. х.ч. по ГОСТ 4520—78;
натрий хлористый, фиксанал по ТУ 6-09-2540—72;
натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77;
серебро азотно-кислое по ГОСТ 1277—75;
кислота азотная крепкая по ГОСТ 4461—77;
соляная кислота, фиксанал по ТУ 6-09-2540—72;
спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 (высший сорт);
индикатор нитропруссид;
дифенилкарбазид по ГОСТ 5859—70;
бромфеноловый синий, ч.д.а. по ТУ 6-09-3719—74;
этиленгликоль, ч.д.а. по ГОСТ 10164—75;
вода очищенная по ОСТ 34-70-953.2—88;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3. ОБЪЕМНЫЙ МЕРКУРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРИДОВ

3.1. *Сущность метода* состоит в образовании при pH 2,4—2,6 малорастворимой соли $HgCl_2$ при добавлении к раствору, содержащему хлориды, ионов ртути II. Чувствительность метода — 5 мг/кг.

3.2. *Приготовление рабочих растворов*

3.2.1. Растворяют 1 г дифенилкарбазида и 0,05 г бромфенолового синего в 100 $см^3$ этилового спирта. Индикатор пригоден в течение месяца. Хранить его следует в склянке темного стекла с хорошо закрывающейся пробкой.

3.2.2. Водный раствор нитропруссида натрия с массовой долей 10%. Растворяют 10 г нитропруссида в 90 $см^3$ очищенной воды. Хранят в склянке темного стекла. Раствор устойчив в течение нескольких суток.

3.2.3. Растворы азотной кислоты с массовой долей 0,5%. Для приготовления 5%-ного раствора в колбу вместимостью 1000 $см^3$ отмеривают 55 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и очищенной водой доливают до метки, хорошо перемешивают. Раствор азотной кислоты с массовой долей 0,5% готовят, разбавляя раствор с массовой долей 5% в 10 раз очищенной водой.

3.2.4. Раствор азотно-кислой ртути II, 1 $см^3$ которого соответствует 1 мг Cl^-. В мерную колоу вместимостью 1000 $см^3$ отвешивают 5 г реактива, приливают 100 $см^3$ раствора с массовой долей 5% азотной кислоты, перемешивают, доливают дистиллированной водой до метки и еще раз перемешивают. Раствор хранят в склянке

темного стекла в защищенном от света месте. Точную концентрацию раствора устанавливают, пользуясь раствором соляной кислоты концентрации с (HCl)=0,1 моль/дм^3 (0,1 Н) или раствором хлористого натрия концентрации с (NaCl)=0,1 моль/дм^3, приготовленным из фиксанала.

3.2.5. Раствор гидроокиси натрия концентрации с (NaOH)=0,1 моль/дм^3 (0,1 Н). Растворяют 4,00 г гидроокиси натрия в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Раствор хранят в склянке с хлоркальциевой трубкой, защищающей раствор от попадания углекислоты из воздуха.

3.3. *Проведение анализа*

3.3.1. Титрование с индикатором дифенилкарбазидом

Отмеренную порцию анализируемой воды, содержащую хлориды в интервале от 1 до 10 мг, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, доливают объем до 100 см^3 дистиллированной водой и приливают 5—6 капель раствора индикатора. Если окраска жидкости синеватая или фиолетовая, что указывает на щелочность жидкости, то ее нейтрализуют азотной кислотой с массовой долей 0,5% до появления желтой или зеленовато-желтой окраски. Если проба кислая, то ее нейтрализуют раствором гидроокиси натрия концентрации с (NaOH)=0,1 моль/дм^3 (0,1 Н) до перехода окраски в синеватую и затем вновь азотной кислотой с массовой долей 0,5% доводят до зеленовато-желтого цвета. К нейтрализованной, таким образом, пробе приливают 0,5 см^3 азотной кислоты с массовой долей 0,5%. Нейтрализованную пробу титруют раствором азотнокислой ртути II до изменения цвета от лимонно-желтого до сине-сиреневого.

3.3.2. Титрование с индикатором нитропруссидом натрия

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают порцию анализируемой воды, содержащую хлориды от 1 до 10 мг, доливают объем до 100 см^3 дистиллированной водой. К отобранной пробе приливают 1 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 5% и 1 см^3 раствора нитропруссида натрия и титруют раствором ртути, приливая его по каплям. Каждая капля даст помутнение жидкости, которое при перемешивании исчезает. По мере титрования это исчезновение происходит все медленнее, пока не возникает четко заметная опалесценция раствора, хорошо видимая на черном фоне. Появлением такой слабой, но не исчезающей мути и заканчивается титрование.

Одновременно проводят контрольный опыт. Обычно расход раствора азотно-кислой ртути II на образование мути в чистой воде, к которой добавлена азотная кислота и индикатор, не превышает 0.05 см^3.

3.4. *Обработка результатов анализа*

Концентрацию хлоридов (Cl^-), в миллиграммах на килограмм, вычисляют по формуле

$$(Cl^-)=\frac{(A-a)\cdot T}{V}\cdot 10^3,$$

где A — объем раствора азотно кислой ртути II, израсходованный на титрование, $см^3$; a — объем раствора азотно-кислой ртути II, израсходованный на контрольный опыт, $см^3$; T — точная концентрация раствора азотно-кислой ртути II в миллиграммах хлор-иона в 1 $см^3$ раствора; V — объем анализируемой воды, взятый для определения, $см^3$.

Суммарная погрешность результата определения хлоридов с применением азотно-кислой ртути II с доверительной вероятностью P=0,95 указана в табл.1.

Таблица 1

Масса хлор-иона в пробе, мг	0,5	1,0	2,0	5,0	7,0
Суммарная погрешность определения, %	±10	±7	±5	±3	±2

3.5. *Требование к технике безопасности*

3.5.1. Нитропруссид ядовит. При его использовании следует избегать образования пыли, содержащей частицы нитропруссида; раствор нитропруссида следует дозировать из бюретки, а не пипеткой.

3.5.2. Пролитый раствор азотно-кислой ртути смывают водой, тщательно промывая смоченное им место. При работе с этим раствором необходимо соблюдать правила обращения с растворами и реактивами, установленные для химических лабораторий.

4. ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРИДОВ

4.1. *Сущность метода* определения содержания хлоридов методом «по мутности» основана на измерении оптической плотности анализируемой воды после прибавления к ней раствора азотно-кислого серебра и стабилизатора — этиленгликоля. Чувствительность метода — 1 мкг хлоридов в пробе.

4.2. *Приготовление рабочих растворов*

4.2.1. Раствор азотно-кислого серебра

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 2 г нитрата серебра и растворяют в азотной кислоте с массовой долей 20%. Если в растворе при оставлении его на сутки появится осадок, то осторожно, не взмучивая осадка, раствор сливают в склянку темного стекла. Хранят в защищенном от света месте. Реактив устойчив.

4.2.2. Азотная кислота с массовой долей 20%. 350 см^3 азотной кислоты помещают в колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают очищенной водой до метки.

4.2.3. Перед анализом проверяют этиленгликоль на присутствие Cl^-. Для очистки 500 см^3 этиленгликоля смешивают с 20 см^3 раствора азотно-кислого серебра и оставляют на несколько суток отстаиваться, после чего отфильтровывают и хранят в темной склянке.

4.2.4. Обессоленная вода. Очищенную воду пропускают через лабораторный ионитный фильтр, загруженный анионитом АВ-17, хорошо отрегенерированным раствором гидроокиси натрия с массовой долей 5% и отмытым до pH~7,5—8,0 промывных вод.

4.3. *Приготовление основного и стандартного растворов*

4.3.1. Основной раствор хлоридов концентрации с (NaCl)= =0,1 моль/дм^3 (0,1 Н) готовят из фиксанала хлористого натрия, разбавленного обессоленной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Раствор устойчив, хранится в склянке с пришлифованной пробкой.

4.3.2. Стандартный раствор 10 мг/кг ионов хлора готовят из основного раствора. В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 отмеривают пипеткой точно 2,82 см^3 и доливают обессоленной водой до метки. Раствор устойчив.

4.3.3. Стандартный раствор концентрации 1 мг/кг ионов хлора. Раствор, приготовленный по п.4.3.2, разбавляют точно в 10 раз. Раствор не устойчив, пригоден лишь в день приготовления.

4.4. *Построение градуировочного графика*

4.4.1. В семь мерных колб вместимостью 50 см^3 вносят различные объемы стандартного раствора хлор-иона: 0 (контрольная проба), 1; 2; 4; 10; 15; 20 см^3. Доводят обессоленной водой растворы во всех колбах примерно до 40 см^3, приливают по 2 см^3 раствора нитрата серебра и по 5 см^3 раствора этиленгликоля, доводят до метки обессоленной водой и перемешивают.

Все колбы помещают в место, защищенное от света, на 20 мин, после чего определяют оптическую плотность (А и $А_к$) этих растворов на фотоколориметре, со светофильтром областью светопропускания 400 нм, в кюветах с толщиной поглощаемого свет слоя 100 или 50 мм. Сравнение проводят с обессоленной водой. Для

построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают хлор-ион в пробах (мкг), по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности (А) минус значение ($А_к$) контрольной пробы, т.е. ($А—А_к$). По точкам проводят прямую по методу наименьших квадратов по ОСТ 34-70-953.3—88. Выполняют как минимум 3 параллельных определения для каждой концентрации.

4.4.2. Допускается вычислять результаты анализа с помощью множителя (К), определяемого по формуле

$$К=\frac{m}{А-А_к},$$

где m — масса хлор-иона, мкг в пробе; А — средняя величина оптической плотности, соответствующая этой массе; $А_к$ — среднее значение оптической плотности контрольных растворов.

4.5. *Проведение анализа*

Анализируемую пробу объемом до 40 $см^3$ помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят объем до 40 $см^3$ обессоленной водой, приливают 2 $см^3$ раствора нитрата серебра и 5 $см^3$ этиленгликоля, доливают до метки обессоленной водой, тщательно перемешивают и оставляют в темном месте на 20 мин. Затем измеряют оптическую плотность ($А_х$), как это описано при построении градуировочного графика.

4.6. *Обработка результатов анализа*

По градуировочному графику находят массу хлор-иона в анализируемой пробе. Для этого из оптической плотности раствора пробы ($А_х$) вычитают оптическую плотность контрольного раствора ($А_к$). Полученную разность ($А_х — А_к$) находят по оси ординат, а по ней массу хлор-иона (m) в пробе.

Концентрацию хлор-ионов (Cl^-), в микрограммах на килограмм, находят по формуле

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

где m — масса хлор-иона, найденная по градуировочному графику, мкг; V — объем воды, взятый для анализа, $см^3$;

или по формуле

$m=к\cdot(А_х—А_к)$ по п.4.4.2.

Суммарная погрешность результата определения хлор-иона турбодиметрическим методом с доверительной вероятностью $P=0,95$ указана в табл.2.

Таблица 2

Масса хлор-иона в пробе, мкг	1	2	5	10	20
Суммарная погрешность определения, %	±15	±10	±6	±4	±3

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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 № 8434301 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 хлоридов (раздел 21)

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которые ссылка	Номер пункта, подпункта перечисление приложений
ГОСТ 1277—75	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4520—78	2
ГОСТ 5859—70	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 10164—75	2
ГОСТ 18300—87	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	4.4.1
ТУ 6-09-2540-72	2
ТУ 6-09-3719-74	

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ
ОСТ 34-70-953.16—90

Номер изменения	Номер листа (страницы)			Номер документа	Подпись	Дата	Срок введения изменений
	измененного	замененного	нового	аннулированного				

УТВЕРЖДАЮ
Первый Вице-президент
РАО "ЕЭС России"
_____ В.В.Кудрявый
"16" 03 1996 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № I ОСТ 34-70-953.16-90. Воды производственные теп-
ловых электростанций. Методы определения хлоридов

Дата введения 1996-07-01

Раздел 2 и "Информационные данные". Заменить ссылки:
ГОСТ 20292-74 на ГОСТ 29227-91, ТУ 6-09-2540-72 на
ТУ 6-09-2540-87, ТУ 6-09-3719-74 на ТУ 6-09-3719-83;

исключить ссылку на ГОСТ 5859-70; дополнить ссылкой ("Информационные данные"): ОСТ 34-70-953.3-88.

Пункт 2 дополнить новым абзацем: "Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже, указанных в настоящем нормативном документе.

Пункты 3.4 и 4.6 дополнить новыми абзацами:

"Результаты определений округляют до сотых долей".

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

Дополнить новым разделом 5:

"5 ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1 С х о д и м о с т ь

Два результата испытаний, полученные в одной лаборатории, одним исполнителем, из одной пробы, признаются достоверными

5.I.I Объемный меркуриметрический метод

Два результата испытаний, полученные в одной лаборатории, одним исполнителем, на одном оборудовании, из одной пробы, признаются достоверными (с доверительной вероятностью P=0,95), если расхождение между ними не превышает 0,05 $см^3$ титрованного раствора ртути.

5.I.2 Турбидиметрический метод

Два результата определений, полученные в одной лаборатории, одним исполнителем, на одном оборудовании, из одной пробы признаются достоверными (с доверительной вероятностью P=0,95), если расхождение между ними не превышает 0,005 показаний шкалы оптической плотности прибора.

5.2 Воспроизводимость

5.2.I Объемный меркуметрический метод

Два результата испытаний, полученные в разных лабораториях на одной пробе, признаются достоверными (с доверительной вероятностью P=0,95), если расхождения между ними не превышают 0,I $см^3$ титрованного раствора ртути.

5.2.2 Турбидиметрический метод

Средние результаты двух испытаний, полученные в разных лабораториях, на одной и той же пробе, признаются достоверными (с доверительной вероятностью P=0,95), если расхождение между ними не превышает 0,0I показаний шкалы оптической плотности прибора.