

ОТРАСЛЕВОЙ  
СТАНДАРТ

# НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ И КОТЕЛЬНЫХ

## СТАНДАРТЫ ОТРАСЛИ

### ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА

ОТБОР ПРОБ,  
ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОЧИЩЕННОЙ ВОДЫ,  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРАЗИНА,  
ЖЕЛЕЗА, МЕДИ,  
КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ

**ОСТ 34-70-953. 1—88**  
**ОСТ 34-70-953. 6—88**

Издание официальное

1985 г.

## 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 . . . . .	2I
	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. ОСТ 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    Д19

---

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 кювет, толщиной колориметрируемого слоя до 100 мм и набором светофильтров или спектрофотометр;

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

бюретки для титрования вместимостью 25 см<sup>3</sup>;

пипетки измерительные градуированные и без промежуточных делений на 1, 2, 5, 10, 25, 50 и 100 см<sup>3</sup>;

колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 см<sup>3</sup>;

колбы конические с притертыми пробками вместимостью 250 и 300 см<sup>3</sup>;

парадиметиламинобензальдегид чистый;

кислота серная х.ч.;

калий йодистый, х.ч.;

иод кристаллический ч.д.в. или фиксанал;

натрия тиосульфат ч.д.в. или фиксанал;

гидразин серноокислый ч.д.в. - по ГОСТ 5841 или гидразин солянокислый ч.д.в. - по ГОСТ 22159;

крахмал растворимый - по ГОСТ 10163;

кислота сульфаминовая х.ч.;

натрия гидроксид х.ч.;

вода дистиллированная;

вода очищенная - по ОСТ 34-70-953.2.

Допускается применение средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками

камн не хуже, а реактивов 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 см<sup>3</sup> серной кислоты с массовой долей 10%, приготовленной на очищенной воде. Объем раствора после полного растворения парадиметиламинобензальдегида доводят до 500 см<sup>3</sup> серной кислотой той же концентрации. Серную кислоту с массовой долей 10% готовят, вливая в 800 см<sup>3</sup> очищенной воды 60 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и доводя объем до 1 дм<sup>3</sup> очищенной водой. Раствор устойчив.

3.1.2. Раствор йода концентрации с  $(I/2 J_2) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н) готовят из фиксажа, а раствор йода концентрации с  $(I/2 J_2) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup> готовят разбавлением раствора йода концентрации с  $(I/2 J_2) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> точно в 10 раз непосредственно перед употреблением. Для этого 10 см<sup>3</sup> раствора йода концентрации с  $(I/2 J_2) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> вливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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/дм<sup>3</sup> готовят из фиксанала, а  $0,01$  моль/дм<sup>3</sup> готовят разбавлением  $0,1$  моль/дм<sup>3</sup> точно в  $10$  раз непосредственно перед употреблением. Для этого  $10$  см<sup>3</sup>  $0,1$  раствора тиосульфата натрия вливают в мерную колбу вместимостью  $100$  см<sup>3</sup>, доливают очищенной водой до метки и перемешивают.

Раствор тиосульфата натрия должен быть защищен от доступа угольной кислоты. При этом условия раствор устойчив в течение года.

3.1.4. Раствор крахмала с массовой долей  $1\%$ . Размешивают  $1$  г крахмала примерно в  $20$  см<sup>3</sup> дистиллированной воды и вливают эту жидкость в  $80$  см<sup>3</sup> кипящей дистиллированной воды. Раствор пригоден в течение двух суток.

3.1.5. Раствор натрия гидроксида концентрации с ( $NaOH$ ) =  $1$  моль/дм<sup>3</sup>. Растворяют  $4$  г в  $96$  см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>. В  $970$  см<sup>3</sup> очищенной воды осторожно вливают  $30$  см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Раствор устойчив.

3.1.7. Раствор сульфаминовой кислоты массовой долей  $5\%$ . Растворяют в  $95$  см<sup>3</sup> 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  $1 \text{ дм}^3$   $0,41 \text{ г}$  сернокислого гидразина или  $0,33$  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  $10 \text{ см}^3$  раствора гидразина вливают в коническую колбу, снабженную прилифованной пробкой, приливают очищенную воду примерно до  $100 \text{ см}^3$ , вводят  $5-6 \text{ см}^3$  раствора натрия гидроокиси концентрации с  $(\text{NaOH}) = \sim 1 \text{ моль/дм}^3$ , перемешивают и сейчас же добавляют  $20 \text{ см}^3$  раствора иода концентрации с  $(\text{I}/2 \text{ J}_2) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ . Колбу закрывают пробкой, раствор взбалтывают и оставляют в темноте на 2-3 мин. После этого вливают  $10 \text{ см}^3$  раствора серной кислоты концентрации с  $(\text{I}/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = \sim 1 \text{ моль/дм}^3$  и титруют непрореагировавший с гидразином иод раствором тиосульфата натрия концентрации с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$ .

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" проб, т.е. в  $100 \text{ см}^3$  очищенной воды вводят все реактивы 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<sup>3</sup> на титрование соответственно холостой и анализируемой проб, см<sup>3</sup>;

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

$8$  - эквивалент гидразина при реакции с йодом;

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

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

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

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

Полученный стандартный раствор, содержащий 1 мг/дм<sup>3</sup> гидразина, неустойчив, его следует приготавливать непосредственно перед употреблением.

### 3.3. Построение градуировочного графика

3.3.1. В шесть мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> пипеткой вводит 1, 2, 3, 10 и 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора, содержащего 1 мг/дм<sup>3</sup> (1 мкг/см<sup>3</sup>) гидразина, что соответствует 1, 2, 3, 5, 10 и 20 мкг гидразина. Объем жидкости в каждой колбе доводят очищенной водой примерно до 30 см<sup>3</sup>, приливают по 2,5 см<sup>3</sup> 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 кюветках длиной 50 мм. Сравнение ведут с дистиллированной водой.

Одновременно готовят 3-4 контрольных раствора, для чего в такие же мерные колбы вливают по 30 см<sup>3</sup> очищенной воды, по 2,5 см<sup>3</sup> сернокислотного раствора парадиметиламинобензальдегида, доливают до метки очищенной водой, перемешивают.

Через 2-3 минуты измеряют оптическую плотность (A<sub>к</sub>) этих растворов со светофильтрами областью светопропускания 400 нм в кюветках 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 C в микрограммах (обязательное приложение), а по оси ординат отвечающие им величины (A - A<sub>к</sub>). 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 см<sup>3</sup> вливает 40 см<sup>3</sup> анализируемой воды, если ожидаемое содержание гидразина в ней не более 150 мкг/дм<sup>3</sup>. При больших содержаниях гидразина в колбу вводят меньшие объемы, доливая очищенной водой примерно до 40 см<sup>3</sup> и тщательно перемешивая. В приготовленную таким образом пробу вливает 2,5 см<sup>3</sup> сернокислого раствора парадиметиламинобензальдегида, доводят до метки очищенной водой, перемешивают и через 2-3 мин измеряют оптическую плотность ( $A_x$ ) на фотокориметре при длине волны 400 нм в кюветках 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 см<sup>3</sup> раствора кислоты с массовой долей 5% к пробе анализируемой воды за 15 мин перед вводом парадиметиламинобензальдегида.

4.И. При наличии в анализируемой воде, кроме гидразина, веществ, реагирующих с парадиметиламинобензальдегидом с образованием окрашенных соединений, их влияние устраняют 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 тиосульфата (до обесцвечивания пробы). Затем к обеим пробам прибавляют реактивы, в соответствии с п.3.4.Г 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 ( $N_2H_4$ ) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$(N_2H_4) = \frac{C_p}{V}$$

где  $V$  - объем воды, введенной в колбу, см<sup>3</sup>;  
 $C_p$  - содержание гидразина в пробе, мкг, получаемое по градуировочному графику.

5.2. Допустимые погрешности результата определения гидразина с применением парадиметиламинобензальдегида (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 определения, %	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

1. 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 фотокolorиметра

$$A_1 = a + bC_1$$

$$A_2 = a + bC_2$$

$$A_n = a + bC_n$$

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

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

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

Подставляя значения ( $a$ ) и ( $b$ ) в формулы А1 и А2, получаем

$A_{\text{вкл.}}$  для каждого из проведенных  $n$  измерений.

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

## 2. Пример вычисления

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

Таблица I

$n$	$C$	$C^2$	$A$	$CA$	$A_{выч.}$
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
$\Sigma n$	$\Sigma C$	$\Sigma C^2$	$\Sigma A$	$\Sigma CA$	
5	18	88	1,616	7,813	
$(\Sigma C)^2$					

324

Подставляя значения  $\Sigma n$ ,  $\Sigma C$ ,  $\Sigma C^2$ ,  $\Sigma A$ ,  $\Sigma CA$ ,  $(\Sigma C)^2$  в формулы (2) и (3), вычисляют параметры (а) и (в), а затем по формулам (1) определяют значения  $A_{выч.}$  по каждому из  $n$  измерений.

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

Первая и последующие страницы журнала

Дата отбора пробы \_\_\_\_\_ Смена \_\_\_\_\_

I. РЕЗУЛЬТАТЫ АНАЛИЗОВ

Место отбора пробы	Содержание компонентов (химические символы и единицы измерения)
--------------------	---

сульфо- купри-
силици- зоно-
ловый вый
метод метод

2. Отклонения, проявившиеся в ходе анализа:

Заведующий лабораторией \_\_\_\_\_  
подпись фамилия

Анализ 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 (ВТИ)
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 № 84I4793 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 НТД, 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  
ИМБ ВТИ  
Москва, Автозаводская, д.14/23