

**ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ
ТЕПЛОВЫХ
ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.****ОСТ 34-70-953.17—90****Метод определения
нитритов****ОКСТУ 0109**

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает фотометрический метод определения нитритов в питательной и котловой водах барабанных котлов.

Сущность метода состоит в измерении оптической плотности окрашенного соединения, образующегося при взаимодействии нитритов в слабокислой среде с сульфаниловой кислотой и α -нафтил-амином.

Чувствительность метода — 0,5 мкг нитритов в пробе.

Метод может быть использован при анализе производственных вод атомных электростанций.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб по ОСТ 34-70-953.1—88.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Фотокolorиметр типа КФК-2 или аналогичного типа с набором кювет, толщиной поглощающего свет слоя до 50 мм и набором светофильтров или спектрофотометр;

весы лабораторные общего назначения II класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88;

бюретки для титрования вместимостью 25 см³ по ГОСТ 20292—74;

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

колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 см³ по ГОСТ 1770—74;

колбы конические с шлифованными пробками вместимостью 250 и 500 см³ по ГОСТ 25336—82;

баня водяная;

кислота сульфаниловая ч.д.а. по ГОСТ 5821—78;

кислота уксусная х.ч. по ГОСТ 61—75;

α -нафтиламин ч.д.а. по ГОСТ 8827—74;

кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204—77;

реактив Грисса ч.д.а. по ТУ 6-09-3569—74;

калий марганцово-кислый фиксанал по ТУ 6-09-2540—72;

натрий азотисто-кислый х.ч. по ГОСТ 4168—79;

вода очищенная по ОСТ 34-70-953.2—88.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ

3.1. Подготовка рабочих растворов

3.1.1. Калий марганцово-кислый, раствор концентрации с $(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1N) готовят из фиксанала по инструкции, приложенной к набору фиксаналов. Раствор устойчив при хранении его в склянке темного стекла.

3.1.2. Уксусная кислота с массовой долей 10%

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ отмеривают 98 см³ концентрированной кислоты, доливают до метки очищенной водой и перемешивают. Раствор устойчив. Хранят в склянке с хорошо шлифованной пробкой.

3.1.3. Реактив Грисса с массовой долей 10%, водный раствор

При отсутствии готового реактива Грисса взвешивают 0,25 г α -нафтиламина и 0,55 г сульфаниловой кислоты. Каждую навеску растворяют в 150 см³ раствора уксусной кислоты с массовой долей 10%. Растворы хранят отдельно, смешивая их равные объемы перед употреблением, или сразу же после приготовления смешивают оба раствора.

Реактив хранят в сосуде темного стекла с хорошо шлифованной пробкой в холодильнике. Приобретение розового цвета не является причиной для бракования реактива, так как при анализах применяют нулевые пробы для сравнения окрасок.

3.2. Подготовка основного и стандартного растворов

3.2.1. Раствор нитрита натрия (NaNO_2). 1,5 г высушенного при 110—115 °С нитрита натрия растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³, доливают до метки очищенной водой, раствор хорошо перемешивают и переливают в склянку с хорошо закрывающейся пробкой. Точную концентрацию устанавливают по п.3.2.2. Разбавлением этого основного раствора готовят стандартный раствор концентрации 1 мг/кг NO_2 . Устанавливают точную

концентрацию основного раствора каждый раз перед приготовлением стандартного раствора.

3.2.2. В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 5 или 7 см³ раствора перманганата калия концентрации с (1/5 КМпО₄)=0,1 моль/дм³ (0,1 Н), приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной очищенной водой в отношении 1:4, и 150—200 см³ очищенной воды. Смесь нагревают до 40—50 °С и титруют основным раствором нитрита натрия, прибавляя его по каплям при интенсивном перемешивании. Титрование ведут до полного обесцвечивания раствора перманганата калия. Последние капли надо добавлять особенно осторожно во избежание перетитрования. Концентрацию нитрита натрия (С_{NO₂}), в миллиграммах на килограмм, вычисляют по формуле:

$$C_{NO_2} = \frac{V \cdot K \cdot 2,3}{a} \cdot 10^3,$$

где a — объем основного раствора нитрита натрия, израсходованный на титрование, см³; V — объем раствора перманганата калия концентрации с (1/5 КМпО₄)=0,1 моль/дм³ (0,1 Н), взятый для определения, см³; K — поправочный коэффициент раствора перманганата; 2,3 — десятая доля молярной массы эквивалента в реакции окисления перманганатом.

3.2.3. Для приготовления стандартного раствора концентрации 1 мг/кг NO₂ необходимо двукратное разбавление. Отобрав пипеткой точно 10 см³ основного раствора, в мерную колбу вместимостью 1000 см³ доливают очищенную воду до метки и тщательно перемешивают. Полученный промежуточный раствор содержит в килограмме 0,01 · С_{NO₂} мг иона нитрита. Отмеривают его (X) см³ в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки очищенной водой и перемешивают. Значение (X) получают по формуле

$$X = \frac{250}{0,01 \cdot C_{NO_2}}.$$

Приготовленный стандартный и промежуточный растворы неустойчивы, ими можно пользоваться только в день приготовления.

3.3. Построение градуировочного графика.

В шесть мерных колб вместимостью 50 см³ вносят 1, 2, 5, 7, 10 и 15 см³ стандартного раствора нитритов концентрации 1 мг/кг NO₂. Очищенной водой доливают объемы в каждой колбе примерно до 40 см³, вводят по 1 см³ реактива Грисса и опускают колбы на

1—2 мин в кипящую водяную баню. Вынув колбы, дают им остыть, доливают очищенной водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенных растворов (A) на фотоколориметре в кюветах толщиной поглощающего свет слоя 30—50 мм, применяя светофильтр областью светопропускания 540 нм. В качестве раствора сравнения применяют очищенную воду с введением 1 см³ реактива Грисса, проведенную через все операции.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают концентрации введенного нитрита (мкг), а по оси ординат соответствующие им значения оптических плотностей (A). По точкам проводят прямую по методу наименьших квадратов — по ОСТ 34-70-953.3-88. Выполняют не менее 3 параллельных определений для каждой концентрации.

Допускается вычисление результатов анализа с помощью множителя (K), определяемого по формуле

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

где m — масса нитритов в пробе (мкг); A — значение оптической плотности, соответствующее этой массе.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вливают отмеренный объем анализируемой воды не более 40 см³, доливают очищенной водой до 40 см³, приливают 1 см³ реактива Грисса и, перемешав жидкость, опускают колбу в кипящую баню на 1—2 мин. Затем, вынув колбу, дают содержимому остыть, доливают очищенной водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенной жидкости (A_x), как описано при построении градуировочного графика (п.3.3).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

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

Концентрацию нитритов (NO_2^-) в анализируемой воде в миллиграммах на килограмм, вычисляют по формуле

$$(\text{NO}_2^-) = \frac{m}{V},$$

где m — масса нитритов в анализируемой пробе, мкг, найденная по градуировочному графику; V — объем анализируемой воды, отобранной для анализа, см^3 ,

или по формуле $m = k \cdot A_x$ по п.3.3.

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

| Масса нитритов в пробе, мкг | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 5,0 | 7,0 | 10,0 |
|-----------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| Суммарная погрешность, % | ±25 | ±15 | ±10 | ±5 | ±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.Штери; 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 № 8434317 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 нитритов (раздел 22)
6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначения НТД, на которые ссылка | Номер пункта, подпункта, перечисление приложений |
|------------------------------------|--|
| ГОСТ 61—75 | 2 |
| ГОСТ 1770—74 | 2 |
| ГОСТ 4168—79 | 2 |
| ГОСТ 4204—77 | 2 |
| ГОСТ 5821—78 | 2 |
| ГОСТ 8827—74 | 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 6-09-2540—72 | 2 |
| ТУ 6-09-3569—74 | 2 |

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ
ОСТ 34-70-953.17—90

| Номер из- менения | Номер листа (страницы) | | | | Номер до- кумента | Подпись | Дата | Срок вве- дения из- менений |
|----------------------|------------------------|------------------|--------|---------------------------|----------------------|---------|------|-----------------------------------|
| | изменен- ного | заменен- ного | нового | аннули- рованно- го | | | | |

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
РАО "ЭС России"

В.В.Кудрявый

" 26 " 03 1996 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № I ССТ 34-70-953.17-90. Воды производственные тепло-
вых электростанций. Метод определения амригов

Дата введения 01.07.96

Пункт 2. Заменить ссылки: ГОСТ 20292-74 на ГОСТ 29251-91,
ТУ 6-09-2540-72 на ТУ 6-09-2540-87; исключить ссылку на
ГОСТ 8827-74;

дополнить новым абзацем:

"Допускается применение других средств измерения с метроло-
гическими характеристиками и оборудования с техническими характе-
ристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указан-
ных в настоящем документе".

Пункт 5. После таблицы дополнить новыми абзацами:

"Результаты определений округляют до сотых долей числа" и

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

Дополнить новым разделом 6:

Т О Ч Н О С Т Ъ М Е Т О Д А

6.1 С х о д и м о с т ь

Два результата испытаний, полученные в одной лаборатории,
одним исполнителем, из одной пробы, признаются достоверными
(с доверительной вероятностью $P = 0,95$), если расхождение между

ними не превышает 0,005 показаний шкалы оптической плотности прибора.

6.2 Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученных в разных лабораториях на одной пробе, признаются достоверными (с доверительной вероятностью $P = 0,95$), если расхождения между ними не превышают 0,01 показаний шкалы оптической плотности прибора.