

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ
ОХРАНА ПРИРОДЫ. ГИДРОСФЕРА
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
КОНЦЕНТРАЦИИ ГИДРАЗИНА В СТОЧНЫХ ВОДАХ
ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

ОСТ 34-70-715 - 85

Издание официальное

УТВЕРЖДЕН

Приказом Минэнерго СССР

от 06.05.85 -

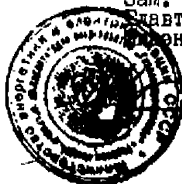
№ 29а

СОГЛАСОВАНО

начальник
управления по охране
природы Минэнерго СССР
К.В. Ананичев
1985 г.

СОГЛАСОВАНО

Зам. начальника
Главтехуправления
Минэнерго СССР
И.Я. Самариков
1985 г.



ЛИСТ УТВЕРЖДЕНИЯ

отраслевого стандарта "Охрана природы. Гидросфера.
Метод определения концентрации гидразина в сточных
водах тепловых электростанций"

ОСТ 34-70-715-85

Зам. директора ВТИ

Зав. отделом стандартизации
и внедрения ВТИ

Зам. директора УралВТИ

Зав. отделением УралВТИ

Руководитель темы

Ответственный исполнитель

Ефимочкин Г.И. Ефимочкин

Федотов Д.К. Федотов

Дегтев О.Н. Дегтев

Гронский Р.К. Гронский

Рычкова В.И. Рычкова

Бельская Я.И. Бельская

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ МИНИСТЕРСТВА ЭНЕРГЕТИКИ
И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ СССР ОТ 06.05.85. № 29а

РАЗРАБОТАН Уральским филиалом Всесоюзного дважды ордена
Трудового Красного Знамени теплотехническим научно-
исследовательским институтом им. Ф.Э. Дзержинского

ИСПОЛНИТЕЛИ В.И. Рычкова, Я.И. Бельская, Г.И. Митрюкова

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

Охрана природы. Гидросфера.

Метод определения

О С Т

концентрации гидразина в сточных водах

34-70-715-85

тепловых электростанций

Введен впервые

ОКСТУ 0017

Приказом Министерства энергетики и электрификации СССР

от 6 мая 1985 г.

№ 29а

Срок введения установлен

с 01.04.86 г.

Настоящий стандарт распространяется на сточные воды тепловых электростанций и устанавливает фотометрический метод определения концентрации гидразина в них.

Сущность метода состоит во взаимодействии гидразина с α -диметиламинобензальдегидом с образованием азина, окрашенного в желтый цвет. Максимум в спектре поглощения наблюдается при длине волны 450 нм. Отрицательное влияние органических аминов и нитритов устраняется обработкой пробы иодом и сульфаминовой кислотой.

Предельная концентрация гидразина при его обнаружении составляет 0,005 мг/дм³.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 24481-80.

Объем пробы должен быть не менее 50 см³.

Пробы отбирают в стеклянную посуду. Анализ должен быть выполнен не позднее чем через 4 ч. после отбора.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любой модели
($\lambda = 440+460$ нм).

Кюветы с толщиной слоя 5 см.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более
0,2 мг, классом точности I,2 по ГОСТ 24104-80.

Колбы мерные вместимостью 50 и 1000 см³ по ГОСТ 1770-74.

Колбы конические с притертой пробкой вместимостью
250 см³ по ГОСТ 1770-74.

Бюретка для титрования вместимостью 25 см³ по ГОСТ 20292-74.

Пипетки вместимостью 1,5 и 10 см³ по ГОСТ 20292-74.

Цилиндр вместимостью 50 см³ по ГОСТ 1770-74.

μ - Диметиламинобензальдегид чистый.

Кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204-77.

Кислота сульфаминовая х.ч.

Калий иодистый х.ч. по ГОСТ 4232-74.

Иод ч.д.э. по ГОСТ 4159-79, или фиксаж.

Натрия гидросульфид х.ч. по ГОСТ 4328-77.

Натрий сарноватистокислый (тиосульфат натрия) пятиводный
ч.д.э. или фиксаж.

Крахмал растворимый ч. по ГОСТ 10163-76.

Гидразин сернистый ч.д.э. по ГОСТ 5841-74, или дигидрохлорид ч.д.э. по ГОСТ 22159-76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Перед проведением анализа должны быть приготовлены.

3.1.1. Раствор μ - диметиламинобензальдегида. В мерной
колбе вместимостью 500 см³ растворяют 15г. μ - диметиламино-

бензальдегида в 200-300 см³ серной кислоты, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1:4, доводит этой же кислотой до метки и перемешивает. Раствор устойчив в течение 1 мес. при хранении в темном месте в плотно закрытом сосуде.

3.1.2. Раствор сульфаминовой кислоты. В 100 см³ дистиллированной воды растворяют 1 г сульфампновой кислоты.

3.1.3. Раствор серной кислоты примерной концентрацией 0,5 моль/дм³. В 400-500 см³ дистиллированной воды вливают 27 см³ серной кислоты пл. 1,84 и после охлаждения доводят дистиллированной водой до 1 дм³. Жидкость перемешивают.

3.1.4. Серная кислота разбавленная дистиллированной водой в соотношении 1:4. Один объем серной кислоты пл. 1,84 вливают в четыре объема дистиллированной воды. Дают остыть и перемешивают.

3.1.5. Раствор иода концентрацией 0,1 моль/дм³ готовят из фиксанала иода.

При отсутствии фиксанала можно использовать кристаллический иод. Для этого взвешивают в бюксе 12,7 г иода, растворяют его в 50 см³ 50 %-ного раствора иодистого калия в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Поправочный коэффициент раствора иода устанавливают по раствору тиосульфата натрия. Раствор 0,1 моль/дм³ иода достаточно устойчив.

Раствор иода концентрацией 0,01 моль/дм³ получают налив в мерную колбу вместимостью 500 см³ 50 см³ раствора иода 0,1 моль/дм³ концентрации доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор иода 0,01 моль/дм³ малоустойчив, его концентрацию контролируют перед использованием. Растворы иода

хранят в посуде из темного стекла с притертой пробкой.

3.1.6. Раствор тиосульфата натрия концентрацией 0,1 моль/дм³ готовят из фиксаналя тиосульфата натрия. При отсутствии фиксаналя 34,8 г тиосульфата натрия растворяют в свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Поправочный коэффициент устанавливают по двуххромовокислому калию. Раствор тиосульфата натрия хранят в бутылках, закрытых пробкой с хлоркальциевой трубкой, наполненной натронной известью или вскаритом.

Для приготовления раствора концентрации 0,01 моль/дм³ в мерную колбу вместимостью 1 дм³ наливают 100 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³ доводят до метки свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Раствор применяют свежеприготовленным.

3.1.7. Раствор крахмала 1 %-ной концентрации готовят по ГОСТ 4517-75.

3.1.8. Раствор гидроксида натрия концентрацией 1 моль/дм³ готовят по ГОСТ 4517-75.

3.1.9. Основной (стандартный) раствор гидразина, концентрацией 0,1 мг/см³, готовят растворением 0,406 г сернистого или 0,328 г дигидрохлорида гидразина в 50-100 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают. Затем устанавливают титр раствора. Для этого 10 см³ основного стандартного раствора гидразина наливают в коническую колбу с притертой пробкой, доводят дистиллированной водой до 100 см³, добавляют 5 см³ раствора гидроксида натрия и 20 см³ раствора йода концентрации 0,01 моль/дм³.

Колбу закрывают пробкой, смесь взбалтывают и оставляют в темном месте на 2-3 мин. Затем добавляют 10 см³ раствора серной кислоты концентрации 0,5 моль/дм³ титруют выделившийся иод раствором тиосульфата натрия концентрации 0,01 моль/дм³ добавляя в конце титрования 1 см³ раствора крахмала. Титрование ведут медленно при интенсивном перемешивании до полного обесцвечивания раствора.

Одновременно определяют расход раствора тиосульфата натрия на титрование холостой пробы, т.е. на 100 см³ дистиллированной воды. Титр раствора (мг/см³) устанавливают из трех определений, причем расхождения не должны превышать 0,1 см³.

С учетом среднего результата вычисляется содержание гидразина (мг/см³) в приготовленном растворе:

$$T = \frac{(a_1 - a_2) \cdot \mathcal{E} \cdot K \cdot \mathcal{B}}{V}$$

- где a_1 - расход раствора тиосульфата натрия на титрование пробы холостого опыта, см³;
- a_2 - среднее арифметическое значение расхода раствора тиосульфата натрия на титрование основного раствора гидразина, см³;
- \mathcal{E} - эквивалентная концентрация раствора тиосульфата натрия;
- K - поправочный коэффициент к эквивалентной концентрации раствора тиосульфата натрия по п. 3.1.6;
- \mathcal{B} - эквивалент гидразина в реакции с иодом;
- V - объем раствора гидразина, взятый для определения титра, см³.

3.1.10. Рабочие стандартные растворы гидразина:

раствор 1 концентрации 0,001 мг/см³ готовят разбавлением

основного раствора в 100 раз, для этого 5 см³ основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят дистиллированной водой до метки;

раствор II концентрации 0,0001 мг/см³ готовят разбавлением раствора I в 10 раз. Растворы применяют свежеприготовленными.

3.2. Построение градуировочных графиков.

3.2.1. Для интервала концентраций гидразина 0,001-0,010 мг в пробе (40 см³), что соответствует 0,025-0,25 мг/дм³, в мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ рабочего стандартного раствора I, приливают дистиллированную воду до объема 40 см³, перемешивают, добавляют 5 см³ раствора η - диметиламинобензальдегида, перемешивают и доводят объем до метки дистиллированной водой. Перемешивают и через 2 мин. измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 450 нм в кювете с толщиной слоя 5 см относительно раствора сравнения (дистиллированная вода, в которую добавлены все реактивы, как и в пробу).

Анализ повторяют еще для двух-трех серий калибровочных растворов и на основании средних значений строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от концентрации гидразина, откладывая по оси абсцисс концентрацию гидразина в миллиграммах в пробе, а по оси ординат - соответствующие значения оптической плотности.

3.2.2. Для интервала концентраций гидразина 0,0002-0,001 мг в пробе, что соответствует 0,005-0,025 мг/дм³, в мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ рабочего стандартного раствора II, приливают дистиллированную воду до объема 40 см³ и дальнейший ход анализа проводят

так же, как указано в п. 3.2.1.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. К 40 см³ пробы (или к меньшему объему, содержащему не более 0,01 мг гидразина и разбавленному дистиллированной водой до 40 см³), помещенной в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 5 см³ раствора α - диметиламинобензальдегида, перемешивают, доводят дистиллированной водой до метки и снова перемешивают. Через 2 мин. пробу фотометрируют по отношению к раствору сравнения, как описано в п. 3.2.1. Концентрацию гидразина находят по градуировочному графику.

4.2. При наличии в анализируемой воде органических аминов, реагирующих с α - диметиламинобензальдегидом с образованием окрашенных соединений (устанавливают проведением пробного анализа), мешающее влияние их устраняют обработкой пробы иодом. Для этого отбирают две пробы одинакового объема и в первую добавляют по каплям раствор иода концентрации 0,1 моль/дм³ до появления отчетливой желтой окраски. Через 1 мин. избыток иода связывают прибавлением по каплям раствора тиосульфида натрия до концентрации 0,1 моль/дм³ обесцвечивания пробы. Затем к обеим пробам прибавляют реактивы, как описано в ходе определения, и фотометрируют вторую пробу по отношению к первой.

4.3. Если анализируемая вода мутна, то в качестве раствора сравнения также используют пробу анализируемой воды, в которой гидразин разрушают обработкой ее раствором иода, как описано в п. 4.2.

4.4. Если анализируемая вода содержит нитриты, то их связывают сульфаминовой кислотой. Для этого в пробу перед добавлением α - диметиламинобензальдегида прибавляют 1 см³ суль-

фаминовой кислоты.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Концентрацию гидразина (X мг/дм³) вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C - концентрация гидразина в пробе, найденная по градуировочному графику, мг;

V - объем пробы, взятый для анализа, см³;

1000 - пересчет к объему в 1 дм³.

5.2. Пределы допускаемого значения среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений S при концентрациях 0,005-0,250 мг/дм³ составляет 0,0015-0,015 пределы допускаемых значений систематической составляющей погрешности измерений $\pm 0,015-0,016$ при $n \leq 6$ и доверительной вероятности 0,95.

6. ТРЕБОВАНИЯ К ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ

Соединения гидразина относятся к вредным веществам. При работе с растворами гидразина пипетки следует заполнять при помощи резиновой груши. При попадании растворов гидразина на кожу ее следует промыть водой.

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ
ОСТ 34-70-715-85

Номер изм.	Номера листов (страниц)				Номер доку- мента	Подпись	Дата	Срок иссле- дия ко- метен- ный
	замо- венных	замо- венных	новых	включе- нных				