


УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель на-  
чальника Департамента  
научно-технической по-  
литики и развития  
РАО "ЕЭС России"

  
К.П. Ливянский

" 30 " \_\_\_\_\_ 15 2001 г.

---

ИЗМЕНЕНИЕ № I ССТ 34-70-953.20-9I "Воды производственные  
тепловых электростанций. Методы определения  
сульфатов"

---

Дата введения 2002-01-01

Вводная часть: после слова "объемный" добавить слово "коло-  
риметрический".

Пункт 2, заменить ссылки: ГОСТ 20292 на ГОСТ 29227 и  
ГОСТ 20292 на ГОСТ 29252.

Пункт 3.4 Присвоить формуле номер: "1".

Пункт 4.2.4 Присвоить формуле номер: "2".

Пункт 4.4 Присвоить формулам соответственно номера: "3" и  
"4".

После пункта 4.5.5 внести новый пункт: "5 Колориметрический  
метод определения сульфатов":

**"5 КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУЛЬФАТОВ**

**5.1 У с л о в и я в ы п о л н е н и я и з м е р е н и й**

При выполнении измерений следует соблюдать следующие усло-  
вия:

## 5.2 Изменение М I ГОСТ 34-70-953.20-91

диапазон концентрации сульфат-аниона	
в воде	2-5 мг/дм <sup>3</sup>
температура окружающей среды	20±5°C
относительная влажность воздуха	45-80%
напряжение питания электрической сети	220±1,4 В

При включении измерительного прибора необходимо соблюдать условия, указанные в "Техническом описании и инструкции по эксплуатации" к прибору.

### 5.2 Характеристики погрешности измерений

Предел приписанной относительной погрешности измерений массовой концентрации сульфат-аниона в указанном диапазоне 2-5 мг/дм<sup>3</sup> составляет 10% (оценку погрешности см. приложение А).

### 5.3 Метод измерения

Измерение концентрации сульфат-аниона в воде выполняется фотометрическим методом с помощью измерения оптической плотности мутных зоных растворов, образующихся при взаимодействии сульфат-аниона с хлористым барием.

### 5.4 Средства измерений.

вспомогательное оборудование,  
материалы, реактивы

При выполнении измерений применяются следующие средства измерений и другие технические средства:

## С.6 Изменение № I ГОСТ 34-70-953.20-9I

фотоколориметр типа КФК или прибор аналогичного типа с набором кювет до 100 мм;

весы лабораторные общего назначения 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;

пипетки измерительные градуированные на 1, 2, 5, 10, 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227;

колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336;

барий хлористый по ГОСТ 4103;

борная кислота по ГОСТ 9656;

аммиак водный по ГОСТ 21147;

гидрон Б по ГОСТ 10652;

глицерин по ГОСТ 6259;

кислота соляная по ГОСТ 3118;

вода очищенная по ГОСТ 34-70-953.2.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и реактивов с характеристиками не хуже, чем у перечисленных в пункте 5.4.

### 5.5 Подготовка к выполнению измерений

До начала выполнения измерений проводят приготовление рабочих растворов, подготовку фотоколориметра к работе и построение градуировочного графика.

## С.4 Изменение № I ГОСТ 34-70-953.20-91

### 5.5.1 Приготовление рабочих растворов

5.5.1.1 Раствор сульфат-анюна 100 мг/дм<sup>3</sup> готовят из стандартного образца, входящего в комплект № 4А ГСС состава водных растворов, соблюдая требования, изложенные в инструкции к ГСС.

10 см<sup>3</sup> стандартного раствора с массовой концентрацией сульфат-анюна 1 г/дм<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки очищенной водой и перемешивают. Раствор пригоден в день приготовления.

### 5.5.1.2 Раствор осадительной смеси

В конической колбе вместимостью 300 см<sup>3</sup> растворяют 60 г ZnO<sub>2</sub>·3NH<sub>2</sub>O; в другой такой же колбе растворяют 30 г борной кислоты. Растворение проводят при слабом нагревании. Затем в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> выливают оба раствора, приливают 200 см<sup>3</sup> глицерина, 100 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты, все перемешивают, доливают до метки очищенной водой, еще раз хорошо перемешивают и фильтруют. После фильтрования осадительную смесь выдерживают в течение 2-х суток.

Раствор пригоден 1 месяц.

### 5.5.1.3 Аммиачный раствор прилона Б для мытья посуды

Растворяют 100 г прилона Б в 1000 см<sup>3</sup> аммиака с массовой долей 3%.

### 5.5.2 Подготовка фотоколориметра к работе

Подготовку фотоколориметра к работе проводят в соответствии с "Техническим описанием и инструкцией по эксплуатации" к прибору.

## С.5 Изменение I ГОСТ 34-70-953.20-91

### 5.5.3 Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью каждая по 100 см<sup>3</sup> вводят 0; 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5 см<sup>3</sup> рабочего раствора сульфат-аниона с концентрацией 0,1 мг/см<sup>3</sup>, что соответствует 0; 0,1; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30; 0,35 мг SO<sub>4</sub>, доливают приблизительно 30 см<sup>3</sup> очищенной водой, перемешивают. Затем в каждую колбу вводят по каплям концентрированную соляную кислоту до pH = 2, после чего медленно, при постоянном перемешивании, приливают точно 10 см<sup>3</sup> осадительной смеси. Содержимое колб доводят до метки очищенной водой, снова перемешивают. Через 10 мин измеряют на фотоколориметре оптическую плотность (A) этих растворов, установив на приборе светофильтры с областью светопропускания 440 нм, в кюветах длиной 30 мм, сравнивая с той колбой, в которую сульфат-анион не вводился.

Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают массовую концентрацию (C) сульфат-аниона в пробе в миллиграммах, а по оси ординат - отвечающие им величины оптической плотности (A). По полученным точкам, пользуясь методом наименьших квадратов, проводят прямую.

### 5.6 Проведение анализа и обработка результатов

5.6.1 В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают от 40 до 30 см<sup>3</sup>, в зависимости от концентрации сульфат-аниона, фильтрованной анализируемой воды, несколькими каплями концентрированной соляной кислоты доводят pH до 2, после чего медленно, при постоян-

### 5.6 Изменение 5 I ГОСТ 34-70-953.20-91

ном перемешивания, приливают точно 10 см<sup>3</sup> осадительной смеси. Содержимое колб доводят до метки очищенной водой, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность как при построении градуировочного графика. Массовую концентрацию сульфат-аниона находят по градуировочному графику, мг в пробе (Ср). Массовую концентрацию сульфат-аниона, в мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_{\text{сув}} = \frac{C_p}{V} \quad (5)$$

где  $V$  - объем воды, взятый для анализа, см<sup>3</sup>;

$C_p$  - массовая концентрация сульфат-аниона, мг, полученная по градуировочному графику.

5.6.2 Результат анализа  $C_A$  с доверительными границами погрешности, в мг/дм<sup>3</sup>, записывают следующим образом

$$C_A = C_{\text{сув}} \pm 0,1 C_{\text{сув}}$$

где  $C_{\text{сув}}$  - результат измерения, мг/дм<sup>3</sup>.

### 5.7 Контроль погрешности результатов измерения

#### 5.7.1 Спектральный контроль погрешности (точности)

5.7.1.1 Спектральный контроль погрешности проводят с использованием образцов для контроля.

5.7.1.2 Образцом для контроля может служить стандартный раствор сульфат-аниона, приготовленного из ГСС водного раствора.

5.7.1.3 Выполняют измерение концентрации сульфат-аниона в образце для контроля; найденное значение  $C_I$  сравнивают с аттестованным значением  $C_2$ . Расхождение между ними  $K_K$  не должно превышать норматив оперативного контроля погрешности  $K$ .

## С.7 Изменение № I ССТ 34-7С-953.2С-9I

5.7.I.4 Расхождение между найденным и аттестованным значениями концентрации сульфат-аниона в образце для контроля ( $K_K$ ), в мг/дм<sup>3</sup>, определяют по формуле

$$K_K = C_I - C_2 \quad (6)$$

5.7.I.5 Норматив оперативного контроля погрешности К, в мг/дм<sup>3</sup>, определяют по формуле

$$K = C.I.C_I \quad (7)$$

5.7.J.6 Точность результатов анализа рабочих проб, полученных за период, в течение которого условия выполнения измерений соответствовали условиям контрольного измерения, считают удовлетворительной, если

$$K_K \leq K$$

## 5.8 Ф о р м л е н и е р е з у л ь т а т о в измерений

Результаты измерений записывают в таблицу I, форма которой приведена ниже.

Таблица I

№ п/п	Дата отбора	Наименование точки отбора	Содержание сульфат-аниона
-------	-------------	---------------------------	---------------------------

Подпись оператора

## С.3 Изменение № I ГОСТ 34-70-953.20-91

### 5.9 Техника безопасности

При выполнении измерений с применением настоящей методики следует соблюдать требования безопасности, указанные в РД 34.03.ЭО1 (раздел 3.7.5 "Требования безопасности при работе в химических лабораториях").

### 5.10 Требования к квалификации оператора

К выполнению анализа допускаются лица, имеющие среднее техническое образование, опыт работы в химической лаборатории не менее 3 месяцев, освоившие методику выполнения измерений на фотоколориметре в соответствии с "Техническим описанием и инструкцией по эксплуатации", прилагаемой к прибору.



Приложение А  
(обязательное)

ОЦЕНКА ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ  
КОНЦЕНТРАЦИИ СУЛЬФАТ-АНИОНА В ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ  
ВСЛАХ

1 Составляющие погрешности, связанные с отбором пробы  $d_1$   
не учитываются.

2 Составляющие погрешности, связанные с подготовкой пробы

2.1 Ст неточного определения объема анализируемой пробы  
 $d_2 - 0,1\%$ .

3 Составляющие погрешности, связанные с подготовкой раство-  
ров для калибровки фотокolorиметра

3.1 Ст неточного определения объема с помощью мерной колбы  
 $d_3 - 0,01\%$

3.2 Ст неточного определения объема с помощью пипетки  
 $d_4 - 0,2\%$

3.3 Ст потери исходного раствора за счет остатка его на  
стенках пипетки  $d_5$  - не учитываются

3.4 Ст погрешности исходного раствора  $d_6 - 1\%$ .

4 Составляющие погрешности, связанные с неточностью опреде-  
ления оптической плотности при калибровке фотокolorиметра  $d_7$  -  
- 1,3%.

5 Составляющие погрешности, связанные с измерением массовой  
концентрации сульфат-аниона

5.1 Ст неточности определения оптической плотности  $d_8 - 1,3\%$

5.2 Ст оптической неоднородности пробы  $d_9 - 3\%$

5.3 От негочности построения калибровочного графика  $d_{10}$  -  
- 0,5%.

3 Предел суммарной относительной погрешности измерения кон-  
центрации сульфат-аниона определяется по формуле

$$d_{гр} = \sqrt{d_1^2 + d_2^2 + d_3^2 + d_4^2 + d_5^2 + d_6^2 + d_7^2 + d_8^2 + d_9^2 + d_{10}^2} =$$

$$= \pm 9,3\% \quad (\text{Л.1})$$

С учетом изменений свойств растворов при выполнении изме-  
рений принимаем относительную погрешность измерения массовой  
концентрации сульфат-аниона равной 10%.

С.11 Изменение № I ССТ 34-70-953.20-91

Раздел "Информационные данные" (п. 6)

Внести ссылки на: ГОСТ 9656-75, ГОСТ 21147-80, ГОСТ 10652-7 ,  
ГОСТ 6259-75, ГОСТ 29227-91 , ГОСТ 29252-91 , РД 34.03.201-97

"Правила техники безопасности при эксплуатации тепломеханическо-  
го оборудования электростанций и тепловых сетей" (М., ЭНАС, 1997),

ГОСТ 8693-93-8695-93 "Комплексы сульфат-ионов в АА".

Исключить ссылку на ГОСТ 20292-74.

## СО Д Е Р Ж А Н И Е

ОСТ 34-70-953.19-91	Воды производственные теп- ловых электростанций. Метод оп- ределения ЭДТА и ее солей ..... 1
ОСТ 34-70-953.20-91	Воды производственные тепловых электростанций. Методы опреде- ления сульфатов .....13
ОСТ 34-70-953.21-91	Воды производственные тепловых электростанций. Метод определе- ния свободной угольной кислоты..... 25

Отдел научно-технической информации  
РТ ВТИ Заказ № 27 Тираж 1120 экз.  
Цена 17 р. 80 к.