

ЛАБОРАТОРНОЕ И УЧЕБНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ
ПРОИЗВОДСТВО И ПОСТАВКИ

Крисмас®

Вода после деаэратора

Вода после подпиточного насоса

Исходная вода

Конденсаты

Котловая вода

Осветлённая вода

Очищенная вода

Питательная вода

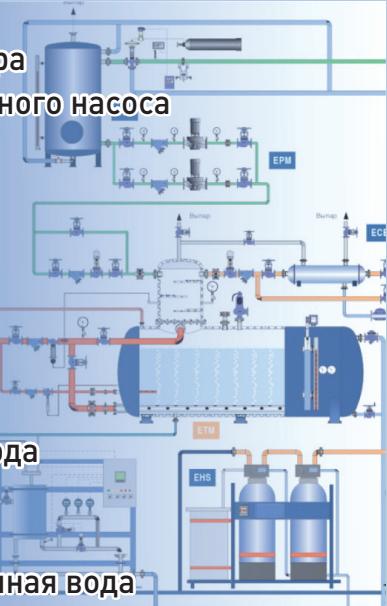
Подпиточная вода

Производственная вода

Сетевая вода

Умягчённая вода

Химически обработанная вода



Водно-химическая экспресс-лаборатория (ВХЭЛ)

Руководство по применению
РП 203-82182574-2023

Санкт-Петербург

Научно-производственное объединение
ЗАО «Крисмас+»

**Водно-химическая
экспресс-лаборатория
(ВХЭЛ)**

**Руководство по применению
РП 203-82182574-2023**

*Под ред. канд. хим. наук
А. Г. Муравьёва*

**Санкт-Петербург
2023**

УДК 543.3/.68+628.161.1(035)
ББК 31.370.42+24.434
B62



Авторы:

Александр Григорьевич Муравьёв, Ирина Васильевна Субботина,
Нина Алексеевна Осадчая, Елена Борисовна Кравцова,
Наталья Евгеньевна Сергеева

B62 **Водно-химическая экспресс-лаборатория (ВХЭЛ) : руководство по применению РП 203-82182574-2023 / А. Г. Муравьёв, И. В. Субботина, Н. А. Осадчая, Е. Б. Кравцова, Н. Е. Сергеева ; под ред. канд. хим. наук А. Г. Муравьёва. — Санкт-Петербург : Крисмас+, 2023. — 224 с.**

ISBN 978-5-89495-285-7.

Настоящее руководство является эксплуатационным документом и регламентирует действия оператора при выполнении текущего операционного аналитического химического контроля показателей качества воды и пара при водно-химическом контроле с применением водно-химической экспресс-лаборатории (ВХЭЛ) производства ЗАО «Крисмас+» во всех её модификациях.

Руководство содержит сведения, позволяющие обеспечить удобство работы с изделием и надёжность получаемых результатов. Настоящее издание может использоваться как руководство по аналитическому химическому контролю производственных вод при обеспечении водно-химических режимов на предприятиях, эксплуатирующих тепловые сети, промышленные и отопительные котельные, при эксплуатации судовых установок и т. п. Разработано и произведено ЗАО «Крисмас+».

УДК 543.3/.68+628.161.1(035)
ББК 31.370.42+24.434

ОГЛАВЛЕНИЕ

Общие сведения об изделии	7
1 Назначение и области применения.....	9
2 Характеристики применяемого оборудования.....	10
2.1 Определяемые показатели, методы анализа и портативные изделия.....	10
2.2 Технические характеристики.....	17
3 Состав изделия и комплектность	20
4 Устройство изделия, принцип действия и укладка.....	23
5 Основные правила работы с лабораторией при аналитическом химическом контроле.....	29
5.1 Общие правила применения портативного оборудования	29
5.2 Правила обращения с посудой и другими средствами комплектации изделий	30
5.3 Подготовительные работы к выполняемым определениям	31
5.4 О сроках службы оборудования и сроках годности реагентов	32
5.5 О качестве растворов и чистоте посуды	34
6 Особенности методов анализа и выполняемых операций	35
6.1 Типовые операции, выполняемые при анализе	35
6.2 Использование очищенной воды для химического анализа	40
6.3 Анализ колориметрическими методами	43
6.3.1 Визуально-колориметрические методы	44
6.3.2 Фотометрические методы	46
6.4 Анализ титrimетрическими методами.....	49
7 Требования к квалификации оператора	54
8 Меры безопасности	55
8.1 Общие сведения и правила безопасности при работах по аналитическому химическому контролю	55
8.2 Правила работы с едкими химическими веществами и растворами	58

8.3 Правила работы с растворителями и опасными химическими веществами	60
8.3.1 Правила работы с растворителями	60
8.3.2 Правила работы с опасными химическими реагентами и растворами	60
8.4 Основные факторы опасности при выполнении работ	64
8.5 Правила утилизации	65
9 Отбор и хранение проб.....	67
9.1 Подготовка посуды для отбора проб воды	67
9.2 Применение устройств для отбора проб воды и пара	68
9.3 Отбор и хранение проб	70
10 Методика выполнения анализа.....	73
10.1 Аммиак	74
10.1.1 Определение аммиака в производственных водах	74
10.1.1.1 Прямое титриметрическое определение аммиака в конденсате насыщенного пара	78
10.1.1.2 Титриметрическое определение аммиака в питательной воде с упариванием пробы	79
10.1.1.3 Визуально-колориметрическое определение аммиака	81
10.2 Водородный показатель (рН)	83
10.2.1 Стандартное визуально-колориметрическое (индикационное) определение рН	84
10.2.2 Приближённое визуально-колориметрическое определение интервала значений рН	86
10.2.3 Потенциометрическое определение рН с применением стандартного рН-метра	88
10.3 Железо общее	89
10.3.1 Визуально-колориметрическое определение железа общего в производственных водах сульфосалициловым методом	89
10.4 Жёсткость общая	95
10.4.1 Титриметрическое определение общей жёсткости производственных вод	96
10.4.1.1 Титриметрическое определение общей жёсткости при значениях более 0,1 °Ж	99
10.4.1.2 Титриметрическое определение общей жёсткости при значениях 0,02–0,1 °Ж	101

10.5 Жёсткость кальциевая	103
10.5.1 Титриметрическое определение кальциевой жёсткости с трилоном Б и хромовым тёмно-синим в сильнощелочной среде	103
10.6 Жёсткость карбонатная (расчётно-графический метод)	106
10.7 Жёсткость условная сульфатно-кальциевая (расчётно-графический метод)	109
10.8 Кислород	112
10.8.1 Визуально-колориметрическое определение кислорода с индигокармином	112
10.8.2 Электрометрическое определение кислорода с применением кислородомера	126
10.9 Кремниевая кислота	127
10.9.1 Колориметрическое определение кремнекислоты с молибдатом аммония в производственных водах (в пересчёте на SiO_2)	127
10.10 Нефтепродукты	134
10.10.1 Экстракционное бумажно-хроматографическое определение нефтепродуктов	134
10.11 Нитраты	142
10.11.1 Визуально-колориметрическое определение нитратов с восстановителем и реагентом Грисса	142
10.12 Нитриты	145
10.12.1 Колориметрическое определение нитритов с реагентом Грисса	145
10.13 Оксисляемость перманганатная (перманганатный индекс)	149
10.13.1 Титриметрическое определение перманганатной окисляемости методом Кубеля	149
10.14 Прозрачность и мутность	158
10.14.1 Визуальное определение прозрачности по шрифту с определением мутности по номограмме	158
10.15 Сульфаты и кислотность	162
10.15.1 Определение приближённого значения концентрации сульфатов (расчётный метод)	162
10.15.2 Титриметрическое определение кислотности воды после Н-катионирования	163

10.16 Сульфиты	166
10.16.1 Определение сульфитов методом обратного йодометрического титрования	167
10.17 Углекислота свободная (двуокись углерода свободная)	172
10.17.1 Определение свободной углекислоты методом титрования аликовот со свидетелем	173
10.18 Удельная электрическая проводимость и солесодержание	180
10.18.1 Кондуктометрическое определение удельной электрической проводимости и солесодержания	181
10.19 Фосфаты	186
10.19.1 Титриметрическое определение фосфатов в производственных водах с однозамещённым фосфатом калия	187
10.20 Хлориды	193
10.20.1 Аргентометрическое определение хлоридов с хроматом калия в производственных водах	193
10.20.2 Определение хлорида с применением иономера И-510 ...	197
10.21 Щёлочность общая	199
10.21.1 Титриметрическое определение общей щёлочности исходной, известкованной, катионированной и питательной воды ...	201
10.21.2 Титриметрическое определение общей щёлочности производственных вод	203
10.21.3 Определение общей щёлочности воды типа конденсата ..	204
10.22 Щёлочность карбонатная (расчётно-графический метод)	205
11 Правила хранения, транспортирования, утилизации	206
Список источников	208
Приложение 1 (рекомендуемое). Дополнительные средства оснащения при аналитическом химическом контроле с применением портативных изделий ЗАО «Крисмас+»	211
Приложение 2 (справочное). Набор для отбора и переноски проб при водо-химическом анализе (набор ОПП)	214
Приложение 3 (справочное). Набор для приготовления очищенной воды для химического анализа (набор ВХА)	215
Приложение 4 (справочное). Набор посуды многофункциональный (набор МФ) и его модификации	218



Общие сведения об изделии

Водно-химическая экспресс-лаборатория (ВХЭЛ) в её различных модификациях представляет специальные изделия, разработанные и производимые для нужд водопотребляющих промышленных предприятий, применяющих технологии водоподготовки и (или) эксплуатирующих паросиловые и котельные хозяйства и нуждающихся в проведении водного аналитического химического (водно-химического) контроля производственных вод. Продукция производится ЗАО «Крисмас+» под зарегистрированной товарной маркой «КРИСМАС» (свидетельства № 404860, № 570418).

За период со времени разработки и начала серийного производства (2002 г.) лаборатории семейства ВХЭЛ претерпели многочисленные улучшения и усовершенствования, апробацию на многих теплоэнергетических и промышленных предприятиях по всей России. Проведение аналитического химического контроля при оптимальном сочетании современных аттестованных методик количественного анализа и традиционных отраслевых нормативных документов по водно-химическому контролю, включая использование расчёто-графических методов, позволяет выполнять аналитические работы на приемлемом для технического персонала уровне сложности с соблюдением норм и правил контроля.

Преимущества используемых в экспресс-лаборатории ВХЭЛ методов достигаются портативностью, использованием унифицированных существующих отраслевых методов на основе действующих нормативных документов, простотой применения и доступностью изложения методик выполнения определений.

Для анализа с применением ВХЭЛ могут отбираться различные среды (потоки) из точек отбора производственной схемы — воды после деаэраторов, воды после подпиточного насоса, исходной воды, конденсата пара, котловой воды, осветлённой воды, питательной воды, подпиточной воды, сетевой воды перед котлом, сетевой воды после сетевого насоса, химически обработанной воды, химически очищенной воды и т. п.

Лаборатория ВХЭЛ поставляется в нескольких модификациях, предусматривающих дополнительное оснащение лаборатории приборами и модулями, позволяющими потребителю реализовать наиболее подходящий вариант аналитического контроля воды.

Общие сведения об изделии

Портативное оборудование из состава изделия может использоваться также в учебном процессе групп производственного обучения и в профессиональной подготовке (повышении квалификации) персонала.

Лаборатория ВХЭЛ производится по ТУ 26.51.53-203-82182574-18. Продукция не подлежит обязательной сертификации.

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1 Портативная водно-химическая экспресс-лаборатория ВХЭЛ (далее — изделие, лаборатория, ВХЭЛ) предназначена для выполнения химических анализов при проведении текущего операционного аналитического химического контроля, а также углублённого периодического контроля работы теплоэнергетического оборудования и тепловых сетей. Применяется на предприятиях топливно-энергетического комплекса, жилищно-коммунального хозяйства, при эксплуатации судового энергетического оборудования и т. п.

Данные, получаемые при химическом контроле с применением ВХЭЛ, позволяют выполнить оценку соответствия фактических параметров воды и пара при работе теплоэнергетического оборудования (паровых газотрубных котлов, паровых и энерготехнологических котлов, котлов-утилизаторов и т. п.) их нормативным значениям, установленным для ведения надлежащего водно-химического режима оборудования.

1.2 ВХЭЛ позволяет выполнять также водно-химический контроль работы оборудования при водоподготовке (химводоочистке, подготовке, коррекционной обработке воды), а также контроль качества воды хозяйственно-питьевого водоснабжения по отдельным показателям.

1.3 Лаборатория обеспечивает проведение аналитического химического контроля непосредственно в производственных условиях, при отсутствии химической лаборатории или в дополнение к ней.

1.4 ВХЭЛ позволяет анализировать воду по нескольким показателям одновременно.

1.5 ВХЭЛ рассчитана на выполнение анализа без применения электропотребляющего оборудования¹ и обеспечивает удобство проведения аналитических операций непосредственно в производственных (судовых) либо в лабораторных условиях, при использовании предусмотренных в комплекте посуды, реагентов, растворов, приспособлений и вспомогательных средств, а также документации.

1.6 ВХЭЛ может использоваться в учебном процессе групп производственного обучения и в профессиональной подготовке.

¹ За исключением случаев дополнительного освещения рабочего места, подогрева проб при анализе фосфатов и упаривания проб при определении железа, а также использования предусмотренных при анализе приборов контроля воды.

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

2.1 Определяемые показатели, методы анализа и портативные изделия

2.1.1 Определяемые показатели при аналитическом химическом контроле, а также методы анализа с их основными характеристиками приведены в табл. 1. Здесь же представлены действующие нормативно-технические документы на метод контроля, а также оборудование, применение которого предусмотрено при контроле соответствующих показателей.

В графе табл. 1 «Контролируемый показатель» приведены наименования и обозначения показателей качества воды и пара (пароконденсата), определяемых приведёнными в настоящем руководстве методиками и средствами.

В графе «Диапазон концентраций» приведены значения концентраций, соответствующих диапазонам измерений либо (при визуально-колориметрическом определении) цветным образцам применяемой контрольной шкалы. Такой шкалой образцов является готовая плёночная шкала, входящая в состав изделий и (или) шкала в виде окрашенных имитационных растворов, приготавливаемая перед анализом из имеющихся в изделии реагентов. Данные по значениям определяемых концентраций приведены справочно.

Значения концентраций определяемых показателей приведены с учётом отраслевого подхода. При этом:

— в природной воде или в технологиях водоподготовки использована массовая или молярная концентрация эквивалентов, отнесённая на литр пробы (например, $\text{мг}/\text{л}$ или $\text{ммоль}/\text{л}\text{ экв.}$);

— в котловой воде, пароконденсатах, конденсатах и т. п., характерных для теплоэнергетики, концентрация выражается в как отношение массы растворённого вещества к массе растворителя (например, $\text{мг}/\text{кг}$). Для конденсатов и воды с малым солесодержанием 1 $\text{мг}/\text{л}$ считается численно равным 1 $\text{мг}/\text{кг}$.

2.1 Определяемые показатели, методы анализа и портативные изделия

В графе «Используемый метод» указано используемое в аналитической литературе название основного признака, характеризующего данный метод (титриметрический, фотометрический и т. п.), а также употребимое название метода (например, по используемому реагенту). При описании методов использованы сокращения (приведены перед табл. 1). При анализе колориметрическими методами, как правило, предусмотрено визуальное колориметрирование окрашенной пробы, а для ряда показателей также фотометрическое определение.

Указанные в данной графе приборные методы (в том числе при фотометрическом определении) реализуются с применением приборов, входящих в состав поставляемых изделий (указаны в графе «Наименование изделия (модуля)»).

В графе «Объём пробы» указан объём пробы, необходимой для выполнения одного определения.

В графе «НТД на метод» приведены обозначения актуальных нормативно-технических документов (НТД) и других документов, по которым (либо с учётом которых) осуществляется определение. Полные ссылочные данные по указанным НТД приведены в списке нормативных документов.

В графе «Наименование изделия (модуля)» приведено наименование портативных поставляемых ЗАО «Крисмас+» изделий и (или) их модулей (в том числе приборов), применение которых предусмотрено для контроля указанным методом.

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Таблица 1

Определяемые показатели, методы анализа и портативные изделия

Сокращения в таблице: В — визуальный; ВК — визуально-капориметрический; ВП — вода при водоподготовке; КВ — котловая (производственная) вода; П — вода природная; ПП — портативная лаборатория; ГМ — потенциометрический; ТК — тест-комплект; ТМ — титриметрический, фМ — фотометрический (фотометр).

Контролируемый показатель	Диапазон концентраций	Используемый метод	Объём пробы, мл	НТД на метод	Наименование изделия (модуля)
Аммиак (NH_3)	0,2–3,0 мг/л и более	ТМ, с соляной кислотой в прис. смешанного индикатора	100	РД 24.032.01-91	ВХЭЛ-3, ТК «Аммиак КВ»
	0,2–2,5 мг/л и более	ТМ, по разности потребления кислоты до и после 4х-кратного упаривания	100		
	0–0,5–1,0–1,5–2,0–2,5–3,0 мг/л (по шкале имитатора растворов) 0–1,0–2,0–3,0 мг/л (по пленочной шкале)	ВК, с реактивом Нес-спера	10	РД 34.37.523.12-90	
Водородный показатель (рН)	4,5–5,0–5–5,6–6–6,5–7,0–7,5–8,0–8–5–9,0–10,0–11,0 ед. рН Менее 4; 4–6; 6–7; 7–8; 8,3; более 9 ед. рН	ВК, по универсальному индикатору	5,0	РД 24.031.120-91 РД 24.032.01-91	ВХЭЛ, ТК «рН КВ»,
0–14 ед. рН	ГМ, с рН-метром		30–50	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ
Железо общее (сумма Fe^{2+} и Fe^{3+})	0–0,1–0,2–0,5–1,0–2,0–4,0 мг/л (по шкале имитатора растворов) 0–0,2–0,5–2,0–4,0 мг/л (по пленочной шкале)	ВК, сульфосалициловый	10 (50)	ОСТ 34-70-953-4-88, Му 08-47/180, РД 24.031.120-91,	ВХЭЛ, ТК «Железо КВ»

2.1 Определяемые показатели, методы анализа и портативные изделия

Продолжение табл. 1

Контролируемый показатель	Диапазон концентраций	Используемый метод	Объём пробы, мл	НТД на метод	Наименование изделия (модуля)
Жёсткость общая (сумма Ca^{2+} и Mg^{2+})	0,02–0,1 °Ж (тигрант 0,005 ммоль/л ЭКВ.); и более 0,1 °Ж (тигрант 0,05 ммоль/л ЭКВ.)	ТМ, с трилоном Б (тигрантом) и хромовым тёмно-синим	100	РД 24.031.120-91 РД 24.032.01-91 РД 34.37.523.8-88	ВХЭЛ, ТК «Общая жёсткость КВ»
Жёсткость кальциевая (Ca^{2+})	От 0,1 мМоль/кг ЭКВ. и более	ТМ, с трилоном Б и индикатором хромовым тёмно-синим в сильнощёлочной среде (рН 12–13)	100	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ-3, ТК «Жёсткость кальциевая КВ»
Жёсткость карбонатная (карбонаты кальция и магния)	0,05–4,0 мМоль/кг ЭКВ.	Расчётно-графический, по общей жёсткости и общему щёлочности (по формуле и номограмме)	–	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ
Жёсткость условная суперфосфатно-кальциевая	2–10 мМоль/кг ЭКВ.	Расчётный, с учётом суперфосфата и концентрации сульфатов при данной температуре (по номограмме)	–	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ-3
Кислород растворённый (O_2)	10–100 мкг/кг (по шкале растворор-имитаторов) 20–100 мкг/кг (по плёночной шкале)	ВК, с индигокармином	150–250	РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91, ОСТ 34-70-953.23-92	ВХЭЛ, ТК «Кислород, КВ»
	0–10,0 мг/л	Электротрич., с применением кислородомера	–	МУ 08.47/237	ВХЭЛ-2, ВХЭЛ-3П, Кислородомер МАРК-302Т с датчиком ДК-302Т
Кислота кремниевая, в пересчёте на SiO_2	По жёлтому комплексу: 0–6–20–60 мг/кг (ВК) По синему комплексу: 0–0,4–1,0–2,0–4,0 мг/кг (ВК)	Колориметрич., с малибдатом аммония и восстановителем	10 10	МУ 08.47/227, ОСТ 34-70-953.6-88	ВХЭЛ-3, ТК «Кремниевая кислота КВ»

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Продолжение табл. 1

Контролируемый показатель	Диапазон концентраций	Используемый метод	Объём пробы, мл	НТД на метод	Наименование изделия (модуля)
Кислотность (Н-катионированной пробы)	0,5–60 ммоль/кг ЭКВ.	ТМ, с гидроксидом натрия 0,1 моль/л ЭКВ. и смешанным индикатором	100	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ-3
Нефтепродукты	0,5–28 мг/л	Экстракционный буферно-хроматографический метод	250–500	Руководство по анализу. Питьевая и природная вода, повышенные вытяжки. СПб., 2021.	ВХЭЛ-ЗГМ, ТК «Масла и нефтепродукты в воде»
Нитраты (NO_3^-)	0–5–15–45–90 мг/л	ВК, с восстановителем и реагентом Грисса	3,0	РД 52.24.380-2017	ВХЭП, ТК «Нитраты»
Нитриты (NO_2^-)	0–0,02–0,1–0,5–2,0 мг/л (ВК) 0,04–0,6 мг/л (ФИ, 525 нм)	Колориметрич., с реагентом Грисса	5,0	МВИ-07-149, ОСТ 34-70-953-17-90	ВХЭЛ-3, ТК «Нитриты»
Оксисляемость перманганатная (органич. соединения, легкокисл.)	0,5–10 мг/л (без разбавления пробы) 10–100 мг/л (с разбавлением пробы)	ТМ, метод Кубеля	50	ПНД Ф 14.1:2.4.154-99	ВХЭЛ-3, ТК «Окисляемость перманганатная»
Прозрачность и мутность	1–60 см (прозрачность) 0,6–30,2 мг/л (каолин) 1–52 (ЕМФ)	Визуальный, по шифту, с определением мутности по номограмме	300–350	ОСТ 34-70-953-27-99, ПНД Ф 12.16.1-10, РД 24.031.120-91	ВХЭЛ, ТК «Прозрачность и мутность»
Сульфаты (SO_4^{2-})	0,2–50 ммоль/кг ЭКВ.	Расчётно-графический, (по кислотности пробы и концентрации хлоридов)	–	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ-3
Сульфиты (SO_3^{2-})	1–50 мг/л	ТМ, обратное йодометрическое	100	ПНД Ф 14.1:2.4.163-2000	ВХЭЛ-ЗГМ, ТК «Сульфиты»

Окончание табл. 1

Контролируемый показатель	Диапазон концентраций	Используемый метод	Объём пробы, мЛ	НТД на метод	Наименование изделия (модуля)
Сухой остаток (приблизительное значение)	100–1000 мг/кг	Расчётный, с учётом щёлочности общей, кислотности пробы и окисляемости перманганатной	–	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ-3
Углекислота свободная (H_2CO_3)	2–100 мг/л	ТМ, титрование со свидетелем	100	РД 52.24.515-2019, РД 153-34.2-21.544-2002 МУ 08-47/223	ВХЭЛ-3ПМ, ТК «Двуокись углерода свободная»
Удельная электрическая проводимость и солесодержание (по NaCl)	2–200000 мкСм/см 0,04–3 мг/л (по NaCl)	Кондуктометрический, с применением кондуктометра, градуированного по NaCl	40	РД 24.032.01-91, ОСТ 5Р 4049-82	ВХЭЛ-2, ВХЭЛ-3П(ПМ), Кондуктометр «Эксперт-002-2-6Н» с датчиком УЭН-Н-С
Фосфаты (по PO_4^{3-})	2–100 мг/кг	ТМ, с однозамещённым фосфатом калия	1–5	РД 24.032.01-91	ВХЭЛ, ТК «Фосфраты КВ»
Хлориды (Cl^-)	10–350 мг/л и более	ТМ, аргентометрический, с нейтрализацией пробы	25–250	МУ 08-47/238, РД 24.031.120-91	ВХЭЛ, ТК «Хлориды КВ»
	От 3×10^{-3} до 5×10^4 моль/л	Ионометрический, с иономером И-510	50–100	РД 52.24.361-2008	ВХЭЛ-2, ВХЭЛ-3П, Иономер И-510 с электродом ЭЛИТ-261-10
Щёлочность общая	0,1–5,0 ммоль/л экв. Менее 0,2 ммоль/л экв. (конденсат)	ТМ, с соляной кислотой, в прис. кисл.-основных индикаторов	25–100	РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91, РД 34.37.523.7-88	ВХЭЛ, ТК «Щёлочность КВ»
Щёлочность карбонатная	0,1–5,0 ммоль/кг экв.	Расчётно-графический	–	РД 24.031.120-91	ВХЭЛ

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Значения некоторых из приведённых в табл. 1 показателей, сведения о которых необходимы для обеспечения заданного водно-химического режима оборудования, определяются расчётными или расчётно-графическими методами на основе значений других, связанных показателей. Алгоритмы получения расчётных значений показателей изложены при аналитическом определении соответствующих связанных показателей. Перечень расчётных и связанных показателей, обозначения и размещение методик определения в настоящем руководстве приведены в табл. 2.

Таблица 2

Показатели, оцениваемые расчётными (расчётно-графическими) методами

Оцениваемый показатель и № пункта в настоящем руководстве		Связанный показатель и № пункта в настоящем руководстве	
Наименование показателя	№ п. методи- ки	Наименование показателя, определяемого аналитически	№ п. мето- дики
Жёсткость карбонатная	10.6	Общая жёсткость Щёлочность общая	10.4.1 10.21
Жёсткость условная сульфатно-кальциевая	10.7	Сульфаты Температура воды Солесодержание	10.15 Термом. 10.7, 10.15
Мутность	10.14	Прозрачность	10.14
Солесодержание, в виде сухого остатка, приближённое значение	10.7	Щёлочность общая Кислотность Н-катиониро- ванной пробы Окисляемость перманганат- ная	10.21 10.15 10.13
Сульфаты, приближённое значение	10.15.1	Кислотность Н-катиониро- ванной пробы Хлориды	10.15 10.20
Щёлочность карбонатная	10.22	Щёлочность по фенолфтале- ину Щёлочность общая	10.21 10.21

2.1.2 При аналитическом химическом контроле и сопутствующем контроле воды хозяйственно-питьевого водоснабжения могут также выполняться определения других показателей с применением комплектного оборудования, сведения о котором приведены в приложении 1.

2.2 Технические характеристики

2.2.1 Лаборатория ВХЭЛ обеспечивает выполнение аналитического химического контроля показателей воды и пара согласно перечню с характеристиками согласно табл. 1 и прилагаемому сопроводительному паспорту.

2.2.1 Габаритные размеры и масса составляющих ВХЭЛ модулей приведены в табл. 3.

Таблица 3
Габаритные размеры и масса модулей ВХЭЛ

Наименование модуля	Габаритные размеры, мм (ширина×высота×глубина)	Масса, не более, кг
1 Укладка малая настольная секционная	420 × 650 × 340	21
2 Укладка большая настольная секционная	780 × 650 × 360	35
3 Тест-комплект «Двуокись углерода свободная»	430 × 235 × 250	4,0
4 Тест-комплект «Масла и нефтепродукты в воде»	530 × 280 × 290	6,0
5 Тест-комплект «Прозрачность и мутность»	650 × 50 × 50	0,5
6 Тест-комплект «Сульфиты»	430 × 235 × 250	3,5
7 Редуктор-бюretка	650 × 50 × 50	0,5
8 Приборы контроля воды*	—	—
9 Набор для приготовления очищенной воды: — контейнер укладочный; — колонка ионообменная (3 шт.)	530 × 280 × 290	7,0
10 Набор для отбора и переноски проб	530 × 280 × 290	3,5
11 Комплект пополнения КП ВХЭЛ (для модификации ВХЭЛ-1)	—	8,5

* Габаритные размеры и масса, а также другие характеристики приборов контроля воды, поставляемых в составе портативного оборудования для аналитического химического контроля, приведены в сопроводительной документации на них. Приборы поставляются в упаковке завода-изготовителя.

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

2.2.2 Рабочие параметры применения ВХЭЛ:

- 1) температура анализируемой пробы воды — от плюс 10 °C до плюс 35 °C;
- 2) температура и относительная влажность атмосферного воздуха, а также атмосферное давление не регламентируются.

2.2.3 Лаборатория ВХЭЛ не содержит цветных металлов.

2.2.4 Лаборатория ВХЭЛ содержит драгоценные металлы — 1,2 г в пересчёте на серебро в форме нитрата серебра.

2.2.5 Лаборатории ВХЭЛ при эксплуатации не требуется электроснабжение напряжением 220 В (за исключением применяемых приборов).

2.2.6 Ресурс лаборатории

2.2.6.1 Укомплектованные в ВХЭЛ расходные материалы (реагенты, растворы и др.) позволяют выполнить не менее 100 определений по каждому из показателей, за исключением определения сульфитов и нефтепродуктов (по 50 определений), а также прозрачности (без ограничений) и показателей, определяемых приборными методами (обусловлено регламентом эксплуатации и технического обслуживания применяемого прибора).

2.2.6.2 Ресурс ВХЭЛ восполняется комплектом пополнения расходуемых материалов (далее — КП ВХЭЛ).

2.2.7 Срок службы изделия и сроки годности реагентов и растворов

Срок службы лаборатории модели ВХЭЛ определяется работоспособностью входящих в её состав готовых реагентов и растворов и составляет не менее года от даты выпуска при соблюдении правил транспортирования и применения, а также условий хранения реагентов, растворов и изделия в целом.

Сроки годности применяемых при анализе аналитических реагентов и растворов, а также сроки службы других средств комплектации приведены в сопроводительном паспорте.

Растворы, срок годности которых составляет менее 1 года, могут быть приготовлены потребителем из реагентов, размещённых в секциях и модулях изделия по методикам, описанным в настоящем руководстве и сопроводительном паспорте. По истечении срока годности расходуемых материалов лаборатория ВХЭЛ может эксплуатироваться с использованием комплекта пополнения. В жарких условиях эксплуатации срок службы изделия может сокращаться.

Сведения о сроках службы, техническом обслуживании и поверке, а также данные по условиям эксплуатации приборов, входящих в состав изделия (при их наличии), указаны в сопроводительной документации.

2.2.8 Изделие в транспортной упаковке выдерживает транспортирование всеми видами транспорта на любые расстояния при температуре от минус 1 °C до плюс 50 °C. При транспортировании и хранении в транспортной упаков-

ке изделие выдерживает понижение температуры до минус 5 °С в течение не более 5 ч.

2.2.9 Технические данные на КП ВХЭЛ

2.2.9.1 КП ВХЭЛ предназначен для замены израсходованных материалов и реагентов из состава ВХЭЛ, а также по истечении их срока годности.

2.2.9.2 КП ВХЭЛ уложен в отдельный ящик и поставляется по отдельному заказу (в основной комплект поставки не входит).

2.2.9.3 Масса КП ВХЭЛ составляет не более 5 кг.

2.2.9.4 Флаконы с реагентами и растворами из состава КП ВХЭЛ имеют размеры, позволяющие разместить их в штатные ячейки укладки самой экспресс-лаборатории соответствующих наименований взамен израсходованных.

2.2.9.5 КП ВХЭЛ поставляется в расчёте на 100 определений по каждому показателю, за исключением определения сульфатов и нефтепродуктов (на 50 определений).

3 СОСТАВ ИЗДЕЛИЯ И КОМПЛЕКТНОСТЬ

3 СОСТАВ ИЗДЕЛИЯ И КОМПЛЕКТНОСТЬ

3.1 Изделие поставляется в укладках и контейнерах с техническими данными согласно табл. 3. Состав поставляемых модификаций изделия и количество мест в поставке приведены в табл. 4.

Примечание. Данные приведены ориентировочно. Состав и комплектность конкретного изделия указаны в сопроводительном паспорте.

Таблица 4

Состав поставляемых модификаций лаборатории ВХЭЛ

Сокращения в таблице: В – визуальный; ВК – визуально-колориметрический; ИМ – ионометрический; КМ – кондуктометрический; ПМ – потенциометрический; ТМ – титриметрический; Р – расчётный (расчёто-графический); ЭБХ – экстракционный бумажно-хроматографический; ЭХ – электрохимический.

Модификация изделия (№ заказа / артикул)	Состав изделия	Определяемые показатели (метод определения*)	Кол-во мест
ВХЭЛ-1 modернизированная (№ 3.203), 12 показателей	1. Укладка ВХЭЛ малая настольная, секционная. 2. ТК «Прозрачность и мутность». 3. Редуктор-бюretka	pH (ВК), железо общее (ВК), жёсткость общая (ТМ), жёсткость карбонатная (Р), кислород (ВК), мутность (Р), нитраты (ВК), прозрачность (В), фосфаты (ТМ), хлориды (ТМ), щёлочность карбонатная (Р), щёлочность общая (ТМ)	3
ВХЭЛ-2 modернизированная (№ 3.203.1) с приборами, 14 показателей	1. ВХЭЛ-1. 2. Кондуктометр «Эксперт-002-2-6н» (датчик УЭП-Н-С), в укладке. 3. Кислородомер «Марк-302Т» (датчик ДК-302Т), в укладке. 4. pH-метр «pH-410», в укладке. 5. Иономер И-510 (электрод ЭЛИТ-261- 10), в укладке	Показатели см. ВХЭЛ-1, а также: pH (ПМ), кислород (ЭХ), солесодержание (КМ по NaCl), удельная электрическая проводимость (КМ), хлориды (ИМ)	7

3 СОСТАВ ИЗДЕЛИЯ И КОМПЛЕКТНОСТЬ

Окончание табл. 4

Модификация изделия (№ заказа / артикул)	Состав изделия	Определяемые показатели (метод определения*)	Кол-во мест
ВХЭЛ-3 модернизированная (№ 3.203.2), 21 показатель	Укладка ВХЭЛ большая настольная, секционная	Показатели см. ВХЭЛ-1, а также: аммиак (ТМ, ВК), жёсткость кальциевая (ТМ), жёсткость условная сульфатно-кальциевая (Р), кислотность (ТМ), кремниевая кислота по SiO_2 (ВК), нитриты (ВК), окисляемость перманганатная (ТМ), сульфаты (ТМ/Р), сухой остаток (Р)	1
ВХЭЛ-3П (№ 3.203.3) с приборами, 23 показателя	1. ВХЭЛ-3. 2. Кондуктометр «Эксперт-002-2-6н» (датчик УЭП-Н-С), в укладке. 3. Кислородомер «Марк-302Т» (датчик ДК-302Т), в укладке. 4. pH-метр «pH-410», в укладке. 5. Иономер И-510 (электрод ЭЛИТ-261-10), в укладке	Показатели см. ВХЭЛ-3, а также: pH (ПМ), кислород (ЭХ), солесодержание (КМ по NaCl), удельная электрическая проводимость (КМ), хлориды (ИМ)	5
ВХЭЛ-3ПМ (№ 3.203.4) с приборами и дополнительными модулями, 26 показателей	1. ВХЭЛ-3П. 2. ТК «Двуокись углерода свободная». 3. ТК «Масла и нефтепродукты в воде». 4. ТК «Сульфиты»	Показатели см. ВХЭЛ-3П, а также: двуокись углерода свободная (ТМ), нефтепродукты (ЭБХ), сульфиты (ТМ)	8

* В количество показателей для модификаций включены определяемые расчётным и расчётно-графическим способами (Р). Количество мест в поставляемых модификациях и комплектность оборудования может изменяться по условиям поставки.

Дополнительное оснащение. Указанное в табл. 4 изделие в выбранной модификации может поставляться совместно со средствами дополнительного оснащения согласно согласованному при закаже перечню (приложение 1).

3 СОСТАВ ИЗДЕЛИЯ И КОМПЛЕКТНОСТЬ

3.2 Перечень и размещение содержащихся в ВХЭЛ растворов, реагентов, посуды и принадлежностей, используемых при проведении анализов, приведены в сопроводительном паспорте ПС 3.203-82182574-23 на ВХЭЛ.

3.3 В комплектность и укладку ВХЭЛ могут быть внесены незначительные изменения, не влияющие на технические и функциональные характеристики.

3.4 Комплектность изделия может быть изменена по условиям поставки.

4 УСТРОЙСТВО ИЗДЕЛИЯ, ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ И УКЛАДКА



В изделии ВХЭЛ используются разработанные ЗАО «Крисмас+» методики анализа на основе действующей нормативно-технической документации на выполнение аналитического химического контроля при эксплуатации теплоэнергетического оборудования и (по некоторым показателям) для технологий водоподготовки и контроля исходной воды. Принцип действия изделия основан на использовании химико-аналитических и физико-химических методов определения анализируемых показателей воды и пароконденсата из перечня показателей, приведённых в табл. 1. Некоторые показатели определяются расчётными (расчёто-графическими) методами на основе связанных показателей, определяемых аналитически (подробнее см. табл. 2).

Лаборатории ВХЭЛ производятся с 2023 г. в модернизированном улучшенном исполнении, включающем два вида настольных укладок — малую и большую, которые являются основными модулями изделий в соответствующих модификациях (см. табл. 4). В укладках размещены секции с необходимыми для анализа средствами оснащения и документацией.

Укладка настольная малая секционная (рис. 1, поз. 2) выполнена в виде вертикального ящика, раскрывающегося с одной стороны. Данная укладка применяется в изделиях модификаций ВХЭЛ-1 и ВХЭЛ-2. Укладка изготовлена из водоустойчивого пластика с металлокаркасом, обеспечивающим достаточную прочность при транспортировании и эксплуатации. Укладка снабжена откидной полкой-столиком, образующей рабочее место оператора и позволяющей размещать реагенты и принадлежности при выполнении определений.

Укладка настольная малая включает 6 ячеек для выдвигающихся секций, в каждой из которых размещены средства для выполнения определений на соответствующие показатели — флаконы и пакеты с реагентами и растворами, посуда, вспомогательные материалы, средства защиты и др. Секции (приведены на рис. 2) извлекаются оператором из ячеек и могут располагаться на откидном столике. Отдельные средства комплектации (лабораторная посуда, цилиндры и т. п.) размещены в пространстве на внутренней стороне дверцы (рис. 1, поз. 1 и 2). В верхней части укладочного ящика имеется крепление для фиксации открытой дверцы к корпусу ящика. Малая укладка укомплектована двумя стойками-штативами: одна используется при титровании для размещения пипетки, соединённой со шприцем гибкой полимерной трубкой, другая — для размещения стеклянного цилиндра при определении прозрачности. Стойка-штатив в рабочем положении устанавливается вертикально в петлю, укреплённую на откидной полке-столике.

4 УСТРОЙСТВО ИЗДЕЛИЯ, ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ И УКЛАДКА



Рисунок 1. Водно-химическая экспресс-лаборатория (ВХЭЛ):

- 1 — укладки настольные секционные в закрытом виде, малая и большая;
- 2 — лаборатория в модификации ВХЭЛ-1 с тест-комплектом «Прозрачность и мутность» (2а) и редуктором-бюretкой (2б);
- 3 — лаборатория в модификации ВХЭЛ-3

4 УСТРОЙСТВО ИЗДЕЛИЯ, ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ И УКЛАДКА



Рисунок 2. Выдвижные секции из состава лабораторий ВХЭЛ:
а — «Аммиак КВ»; б — «Железо общее КВ»; в — «Кальциевая жёсткость КВ»;
г — «Кислород КВ»; д — «Кремниевая кислота КВ»; е — «Нитраты. Нитриты. Общая щёлочность КВ»; ж — «Общая жёсткость КВ»; з — «Окисляемость перманганатная»;
и — «Склянки БПК»; к — «Сульфаты КВ»; л — «Хлориды КВ, pH КВ»;
м — «Фосфаты КВ»

Большая настольная укладка секционная выполнена как удвоенная малая укладка с унифицированными конструкционными элементами и применяется в изделиях модификаций ВХЭЛ-3, ВХЭЛ-3П и ВХЭЛ-3ПМ (см. табл. 3). Данная укладка также имеет ячейки для секций (рис. 2), которые по составу и размеру унифицированы с секциями из изделий с малой настольной укладкой и содержат всё необходимое для анализа показателей, предусмотренных в соответствующих модификациях. Настольная укладка имеет две дверцы, два откидных столика и две стойки-штатива. Большая настольная укладка снабжена защёлками для фиксации дверцы и ручками для переноски.

Лаборатории ВХЭЛ в малой и большой укладках могут эксплуатироваться в варианте как настольного размещения, так и с размещением на стене (переборке). Вариант настольного размещения укладок является рекомендуемым, при этом изделие должно опираться на жёсткое основание, а укладку следует жёстко и надёжно фиксировать к стене либо переборке с использованием имеющегося в составе изделия комплекта крепежа. Вариант размещения с подвеской на стене (переборке) может быть реализован для малой и большой настольных укладок, при этом потребителю следует обеспечить достаточную механическую прочность основания и подвески изделия, при необходимости произвести усиление стены (переборки). Изделие в большой настольной укладке может быть размещено на стене только при наличии полки, образующей прочное основание. Рекомендуемая схема крепления при размещении приведена в паспорте на изделие. Схема крепления может изменяться в зависимости от предусмотренной в комплекте фурнитуры и условий потребителя.

4.3 В состав изделия в отдельных модификациях могут входить тест-комплекты, а также приборы контроля воды (приложение 1).

4.4 Тест-комплекты портативны, относительно несложны и удобны при выполнении аналитического химического контроля. С их применением химический контроль, как правило, выполняется оператором согласно типовым или модифицированным методикам на основе стандартизованных методов. Тест-комплектами в качестве автономных модулей могут укомплектовываться различные укладки для химического анализа, в частности, лаборатории модели ВХЭЛ в соответствующих модификациях (по согласованию с заказчиком).

Тест-комплекты представлены изделиями нескольких типов, различающихся в зависимости от сложности и объёма наполнения аналитическими средствами, также конструкцией укладки, которая может быть контейнерного типа, коробками из ламинированного гофрокартона и упаковкой в тубус.

Тест-комплекты «Фосфаты КВ», «Кислород КВ», «Кремниевая кислота КВ», «Общая жёсткость КВ» (рис. 3 а–г) и аналогичные выполнены в укладках контейнерного типа и содержат необходимые для анализа соответствующих



Рисунок 3. Тест-комплекты:

а — «Фосфаты КВ», **б** — «Кислород КВ», **в** — «Кремниевая кислота КВ»,
г — «Общая жёсткость КВ», **д** — «Прозрачность и мутность»

4 УСТРОЙСТВО ИЗДЕЛИЯ, ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ И УКЛАДКА

показателей флаконы с реагентами и растворами, посуду, вспомогательные материалы, средства индивидуальной защиты и др., размещённые в контейнерах из прочного полимерного материала, снабжённых замком и ручкой для переноски. Каждый тест-комплект данного типа укомплектован установкой для титрования, включающей стойку-штатив, градуированную пипетку и дозирующую устройство (шприц-дозатор), соединенный с пипеткой гибкой полимерной трубкой. В рабочем положении пипетка с дозирующим устройством присоединяется к стойке-штативу, которая устанавливается вертикально в петлю на боковой стенке корпуса открытого контейнера. В контейнеры вкладываются паспорта с методикой анализа, паспортом и другой документацией (если предусмотрена).

Тест-комплект «Прозрачность и мутность» (рис. 3 *д*) размещён в цилиндрическом футляре-тубусе из прочного водостойкого картона. Включает подборку средств для определения прозрачности — стеклянный цилиндр с принадлежностями и вспомогательными материалами. В футляре также находится паспорт с инструкцией по выполнению анализа.

Наименования поставляемых тест-комплектов для контроля воды, применяемые при аналитическом химическом контроле, приведены в приложении 1.

Сведения о применяемых приборах контроля воды приведены в сопроводительной документации на приборы.

5 ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ С ЛАБОРАТОРИЕЙ ПРИ АНАЛИТИЧЕСКОМ ХИМИЧЕСКОМ КОНТРОЛЕ

5.1 Общие правила применения портативных лабораторий

При ознакомлении с оборудованием для химического анализа производства ЗАО «Крисмас+», полученном потребителем впервые (портативные лаборатории, тест-комплекты), персонал должен познакомиться с настоящим руководством, с требованиями к выполнению анализа, факторами опасности при работах и отборе проб, соблюдаемыми мерами безопасности и т. п.

Перед тем, как приступить к анализу воды, следует заблаговременно познакомиться с информацией о хранении проб, выполнении анализа, утилизации отработанных растворов и проб. Необходимо также практически освоить предусмотренные в разделе 6 аналитические операции. Для этого рекомендуется в лабораторных условиях проводить пробное выполнение основных операций, характерных для подготовки к анализу и выполнения определений. Целесообразным является пробный анализ водных растворов с известной концентрацией целевого компонента, специально приготовленных с использованием реагентов-стандартов. Пробные анализы проводят под руководством компетентного специалиста (преподавателя).

В ходе работ по аналитическому химическому контролю следует периодически проводить описанные в настоящем руководстве контрольные действия по оценке правильности выполняемых работ в части соблюдения требуемой периодичности анализа, правил отбора проб, методики анализа, применения годных реагентов и аналитических растворов, ведения документации по выполненному анализу.

Следует также иметь в виду правила обращения с посудой (см. п. 5.2), правила подготовительных работ (п. 5.3), а также вопросы обеспечения качества растворов и чистоты посуды (п. 5.5), несоблюдение которых может повлиять на правильность получаемых результатов контроля.

Портативные лаборатории и тест-комплекты следует хранить в сухом, прохладном месте. Следует иметь в виду, что при хранении реагентов и растворов или изделия в целом в условиях повышенных температур (в жаркий период) работоспособность расходуемых материалов может неконтролируемо снижаться, что может повлиять на правильность анализа (подробнее см. п. 5.4 настоящего руководства).

5 ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ С ЛАБОРАТОРИЕЙ

Основное рекомендуемое положение изделия при хранении в перерывах между работами в период эксплуатации — вертикальное, в соответствии с манипуляционными знаками на упаковке.

Производитель не несёт ответственности за использование в технологиях анализа химикатов, не входящих в состав лабораторий ВХЭЛ, или других изделий ЗАО «Крисмас+», использования химических реагентов и растворов не по назначению, либо в случаях нарушения методики анализа, предписанной настоящим руководством или иной сопроводительной документацией.

5.2 Правила обращения с посудой и другими средствами комплектации изделий

Используемые при выполнении анализа растворы, реагенты, посуда и другие элементы состава изделия должны быть предварительно осмотрены. При осмотре проверяют:

- целостность и герметичность упаковки реагентов и растворов;
- соответствие выбранного для использования реагента (раствора) или посуды требованиям методики анализа, наличие хорошо и однозначно читаемой этикетки, меток на мерной посуде, контрольных шкал;
- мерную посуду, пробирки, контрольные шкалы и др. — на отсутствие повреждений.

При транспортировке оборудование для анализа, склянки с реагентами и растворами и принадлежности следует располагать в укладочных ящиках на предусмотренных для них местах. Это позволит обеспечить надёжную доставку изделий для анализа к месту работы, исключить бой посуды и попадание внутрь контейнеров пыли и других загрязнений.

Подготовку отобранных проб к химическому анализу следует проводить строго в соответствии с методикой, приведённой в настоящем руководстве и (или) в паспортах, прилагаемых к оборудованию, с учётом требований по консервации и хранению проб.

Во избежание получения неправильных результатов анализа, особое внимание следует уделять чистоте мерной посуды, пробирок, склянок и других средств, используемых при анализе.

Перед проведением анализа (или в процессе, если того требует программа работ) используемую посуду необходимо тщательно промыть горячим мыльным раствором (при необходимости — хромовой смесью), многократно промыть водопроводной водой, после чего прополоскать дистиллированной водой и высушить. Аналогичную обработку посуды следует провести после завершения анализа.

После проведения анализа вымытую и высушенную посуду, а также герметично закрытые флаконы с растворами необходимо уложить на свои места в укладочные секции или контейнеры.

При транспортировании оборудования стеклянную посуду и склянки с реагентами (растворами) следует располагать на предусмотренных для них местах, чтобы обеспечить надёжную укладку оборудования, исключить бой посуды, попадание внутрь контейнеров пыли и других загрязнений.



Затруднения при закрывании укладочных контейнеров свидетельствуют о небрежности при укладке оборудования.

5.3 Подготовительные работы к выполняемым определениям

Перед выполнением анализа, как правило, проводятся подготовительные операции:

- отбор проб и подготовка их к анализу;
- приготовление растворов из готовых реагентов;
- приготовление имитационных растворов при визуально-колориметрическом определении в тех определениях, в которых окрашенные пробы сравнивают с контрольными образцами, выполненными в виде имитационных растворов;
- построение градуировочной характеристики (градуировочного графика) при фотометрическом определении.

Подготовительные работы к выполнению анализа могут включать операции, проводимые, обычно в лабораторных условиях и требующие знаний и навыков работы в химической лаборатории (правил техники безопасности при работе с растворами кислот, использования различной мерной посуды, аналитического взвешивания, знаний при пересчётах концентраций и т. п.).

Примером такой работы является построение градуировочной характеристики, выполняемое заблаговременно при фотометрическом определении. При определении некоторых показателей визуально-колориметрическим методом окрашенные пробы сравнивают с контрольными образцами, выполненными в виде имитационных растворов, приготовление которых аналогично построению градуировочной характеристики.

В аналитической практике нередки случаи, когда оператор сам проверяет правильность собственных измерений. Это считается надлежащей практикой, позволяющей выявить грубые ошибки оператора, а также систематические

5 ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ С ЛАБОРАТОРИЕЙ

и даже случайные погрешности, не выполняя статистически трудоёмких работ, и относится ко всем аналитическим методам (титриметрическим, визуально-колориметрическим, турбидиметрическим, электрометрическим и др.), применяемым в практике химического контроля и предусмотренным настоящим руководством. Для этого выполняют приготовление нескольких растворов определяемого соединения (показателя), имеющих расчётные значения концентраций, соответствующих диапазону контролируемых концентраций. Далее анализируют приготовленные растворы как контрольные пробы, после чего сопоставляют полученные при анализе результаты с расчётными значениями и делают вывод о правильности анализа. Данные контрольные действия являются вариантом внутрилабораторного контроля и предусмотрены системой обеспечения единства и правильности измерений, которая обычно действует на предприятиях.

Используемым при анализе методам характерна относительная простота и экспрессность, что выражается в наличии полностью готовых к применению реагентов и растворов, удобных и компактных средств их дозировки, использовании малых объёмов проб и некоторых упрощённых процедур анализа, а также подробном описании операций анализа и подготовки к нему в сопроводительной документации. Вышеуказанное позволяет свести к минимуму риски наработки данных, содержащих грубые случайные либо систематические ошибки, а также неполный учёт факторов, важных для правильных измерений.

5.4 О сроках службы оборудования и сроках годности реагентов

Работоспособность изделий для химического анализа — портативных лабораторий ВХЭЛ и тест-комплектов — характеризуется, в числе прочего, сроками годности и службы компонентов, имеющихся в составе поставляемого изделия, которые можно сгруппировать следующим образом.

1. Расходуемые реагенты и растворы, а также некоторые материалы определяют работоспособность изделия в первую очередь. Они характеризуются сроками годности, которые зависят от состава реагента (раствора), условий применения и хранения.

Сроки годности применяемых при анализе аналитических реагентов и растворов, а также сроки службы других средств комплектации приведены в прилагаемом к изделию паспорте. Растворы, срок годности которых менее 1 года, могут быть приготовлены потребителем из реагентов, имеющихся в составе изделий, по методикам, описанным в настоящем руководстве или другой со-

проводительной документации. Сроки годности реагентов и растворов также приведены в описаниях их приготовления (раздел 10 настоящего руководства). Если в тексте нет сведений о сроке годности раствора, его считают по сроку годности изделия, в котором он используется, причём срок годности устанавливается исходя из сохранения качества раствора (либо всего изделия) при условии его хранения при комнатной температуре, т. е. не более 20–25 °С. Следует иметь в виду, что хранение раствора при повышенной температуре (свыше 25 °С) приводит к сокращению срока годности; хранение при пониженной температуре (например, во льду, в непищевом холодильнике, т. е. при пониженной до 2–8 °С температуре), наоборот, позволяет увеличить его сохранность, т. е. продолжительность возможного использования раствора.

При истечении срока годности раствора предусматривается его замена на свежий раствор, который приготавливается потребителем из имеющихся в составе изделия компонентов по несложной методике (описана в документации), либо применение свежего раствора из состава соответствующего комплекта пополнения.

2. Нерасходуемые компоненты из состава изделия (корпуса-укладки, посуда, принадлежности и т. п.) характеризуются сроками службы, которые также приведены в прилагаемом паспорте. Отдельные элементы данной подгруппы могут входить в комплекты пополнения (например, пластмассовые пипетки и т. п.), но могут быть заменены на аналогичные из подручных средств.

3. Приборы контроля воды, фотометры и т. п. формируют особую группу, которые характеризуются данными от производителя. Сведения о сроках службы, техническом обслуживании, поверки, а также данные по условиям эксплуатации приборов, входящих в состав изделия (при их наличии), указаны в сопроводительной документации.

4. Документация на портативную лабораторию (изделие). В эту группу, также определяющую работоспособность анализа по отдельным показателям, входят руководства, паспорта, сертификаты и др. на изделие и составляющие его модули. Данная документация может быть утеряна либо со временем устаревать, поэтому при восполнении утерянной или запросе соответствующей замены от производителя следует учитывать год издания, заводские номера и марки изделий и т. п., что позволит обеспечить потребителя актуальным материалом для продолжения работы с изделиями.

5.5 О качестве растворов и чистоте посуды

Выполнение анализа иногда предполагает использование расходуемых материалов (растворителей, солей и т. п.), а также посуды в количествах, которые нецелесообразно включать в состав поставляемых портативных изделий (например, когда требуется большое количество раствора титранта). В этих случаях потребитель приготавливает новые растворы самостоятельно из имеющихся в изделии компонентов по методикам, приведённым в описании соответствующего показателя в разделе 10 настоящего руководства.

При приготовлении растворов и разбавлении пробы следует использовать только проверенную дистиллированную воду, конденсат либо специальную очищенную воду для химического анализа (если в тексте не указано иное). Пригодность используемой воды при подготовке к анализу конкретного показателя можно проверить выполнением анализа холостой пробы. Сведения о приготовлении и характеристиках очищенной воды для химического анализа приведены в п. 6.2 и приложении 3 настоящего руководства.

В некоторых операциях также используется типовая мерная и другая посуда: мерные цилиндры, стаканы, колбы на 0,5 л и т. п. Многое из указанного предусмотрено в составе поставляемых портативных лабораторий и, как правило, имеется в профессиональных и учебных лабораториях. При недостаточной обеспеченности посудой для приготовления растворов рекомендуется иметь в распоряжении набор посуды для химического анализа многофункциональный (приложение 4).

После проведения анализа вымытую и высушеннную посуду, как указано в п. 5.2, а также герметично закрытые флаконы с растворами необходимо уложить в укладочные контейнеры на предусмотренные для них ячейки.

6 ОСОБЕННОСТИ МЕТОДОВ АНАЛИЗА И ВЫПОЛНЯЕМЫХ ОПЕРАЦИЙ

6.1 Типовые операции, выполняемые при анализе

Применяемые при химическом анализе методы включают ряд операций, которые являются типичными для многих химико-аналитических методик и содержат широко встречающиеся в практике приёмы. Ниже приводятся операции, выполнение которых составляет значительную часть подготовительных и аналитических работ при определении того или иного показателя при аналитическом химическом контроле. От корректного выполнения этих (как и других) операций во многом зависит правильность получаемого результата анализа.

Фильтрование проб, растворов или суспензий является важной операцией, часто выполняемой при химическом анализе. Эта операция выполняется в следующих типичных ситуациях:

- при отборе проб воды, когда проба выглядит мутной, имеющей взвешенные частицы;
- при отборе проб воды для определения показателя, который требуется анализировать именно в растворённой форме (при отсутствии фильтрования результатом анализа окажется определяемый компонент, имевшийся в пробе в растворённом, а также в адсорбированном и взвешенном состоянии);
- при приготовлении некоторых растворов и обработке проб, в ходе которых необходимо отделить отфильтрованный раствор (фильтрат) от осадка, причём дальнейшие операции могут выполняться с использованием как фильтрата, так и осадка, и др.

Считается, что при фильтровании для эффективного отделения растворённых форм контролируемого компонента раствора от взвешенных следует использовать фильтр с размером пор около 0,45 мкм. При аналитическом химическом контроле предусмотрено фильтрование проб, проводимое при необходимости отделения раствора от его твёрдой фазы, имеющей абразивные свойства и способной к отложениям на оборудовании и его порче. В основном это относится к определяемым металлам (алюминий, железо, марганец и др.). Это достигается с использованием специального бумажного фильтра «синяя лента», близкого по размеру пор к мембранныму фильтру. Учитывая, что фильтрование через бумажные фильтры «синяя лента» легко выполнимо в производственных и лабораторных условиях и при этом обеспечивает достаточно эффективное фильтрование, бумажные фильтры входят в состав многих портативных лабораторий и тест-комплектов производства ЗАО «Крисмас+».

Для ускорения фильтрования используется фильтр в складчатом виде. В такой форме работает вся поверхность листа, и фильтрование идёт быстрее. Изготовить складчатый фильтр несложно (рис. 4): обычный бумажный фильтр складывают пополам, затем складывают мелкой гармошкой, после чего аккуратно расправляют и вставляют в воронку установки для фильтрования.

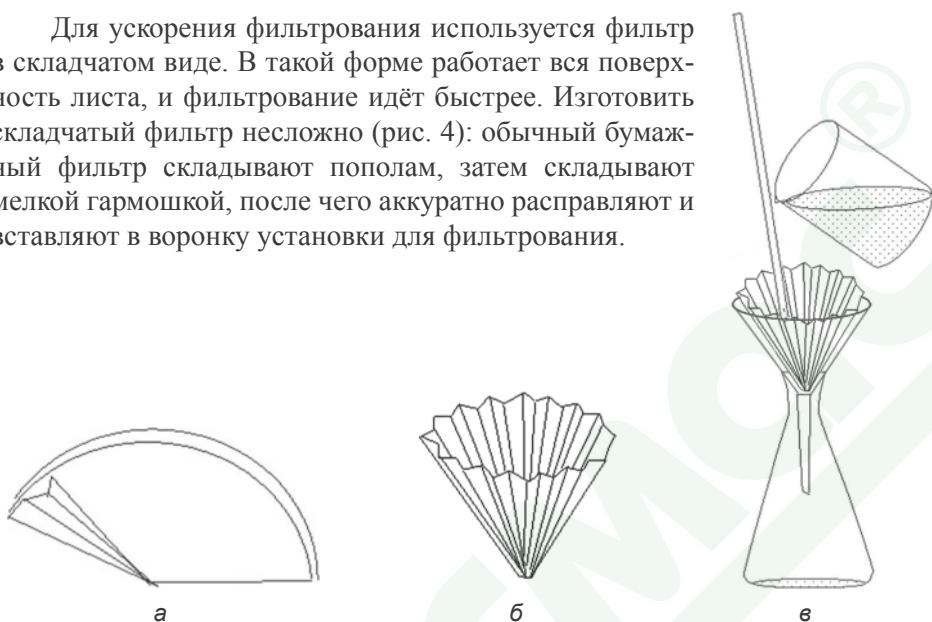


Рисунок 4. Приготовление складчатого фильтра и фильтрование:
а — изготовление складчатого фильтра, б — готовый складчатый фильтр,
в — установка для фильтрования

Ниже приводим несколько основных правил при фильтровании через бумажные фильтры.

- Не заглаживайте сильно центр фильтра, бумага там может легко порваться!
- Фильтр следует выбирать такого размера, чтобы он слегка (на 3–5 мм) выступал из воронки. При излишних размерах фильтра его нужно обрезать ножницами.
 - Приливая первые порции жидкости, слегка придерживайте фильтр палочкой. Далее жидкость со взвесью или осадком приливайте аккуратно по стеклянной палочке, не допуская взбаламучивания уже сложившегося осадка.
- Первую порцию фильтрата (20–30 мл или более, если фильтр больших размеров) отбросьте, предварительно ополоснув ею приёмную колбу (эта порция собирает в себе загрязнения).
- Не упирайтесь палочкой в фильтр — влажная бумага легко рвётся! Также не пытайтесь ускорить фильтрование, перемешивая осадок на фильтре.
- Фильтрование идёт тем быстрее, чем больше жидкости на фильтре, но нельзя наливать до верхнего края бумаги (легко перелить)!

- Если фильтр всё же прорвался, надо приготовить новый и отфильтровать всё заново, в чистую колбу. Прорванный фильтр с осадком при этом можно положить в новый фильтр, облегчив тем самым фильтрование и сохранив уже собранный осадок на фильтре.

В некоторых определениях потребителю нужно *приготовить свежий раствор*. Приготовление раствора начинается с переноса имеющегося в изделии реагента из одной ёмкости в другую. При этом перенести реагент (раствор) *полностью* — значит перенести его без видимых остатков в исходной ёмкости. Такой способ обычно используется при добавлении реагента из капсулы. Перенести реагент куда-либо *количественно* — значит перенести полностью видимую часть реагента и, обмыв подходящим растворителем внутреннюю поверхность исходной ёмкости (капсулы, склянки), добавить смывку к основной его порции. Такой способ обычно используется при приготовлении растворов из стандарт-титра (фисканала).

Переливание аналитических растворов и других жидкостей выполнять через имеющиеся в составе портативного оборудования химические воронки. При этом флакон, из которого переливают жидкость, необходимо держать этикеткой к руке во избежание её порчи.



Отбор пробы воды в требуемую посуду обычно производят из пробоотборников, использовавшихся при отборе пробы непосредственно на оборудовании. При этом представительная часть пробы помещается подходящим способом в предусмотренную для анализа рабочую посуду (склянку, колбу и др.) до меток. Для точности перенос пробы в рабочую посуду может производиться с применением имеющегося в составе оборудования — градуированных пипеток и цилиндров малого объёма.



Перед заполнением склянки (пробирки, колбы) пробой следует убедиться в чистоте посуды, после чего её следует несколько раз ополоснуть анализируемой водой.



Для удобства работы с пробирками их устанавливают в штативах.

6 ОСОБЕННОСТИ МЕТОДОВ АНАЛИЗА И ВЫПОЛНЯЕМЫХ ОПЕРАЦИЙ



Добавление жидких реагентов (растворов) к пробе или раствору производится градуированными пипетками, предусмотренными для данной операции.



В случаях добавления реагента по каплям соответствующий раствор может быть добавлен с применением полимерной пипетки или непосредственно из флакона-капельницы (в зависимости от имеющегося в составе оборудования).

После добавления реагента раствор необходимо перемешать, если в тексте не предусмотрено иное. Пипетку после добавления раствора необходимо промыть чистой водой.



Добавление сыпучих реагентов к пробе производится пересыпанием из капсул, а также добавлением при помощи мерной ложки или шпателя.



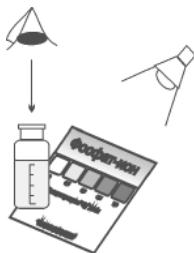
При использовании мерной ложки (шпателя) сыпучий реагент не должен содержать комков. Реагентом следует заполнять весь объём мерной ложки без горки. После добавления раствор перемешивают до полного растворения добавленного реагента.



10 мин

В тех пунктах, где это предусмотрено, пробу оставляют на указанное время для протекания реакции или иного процесса.

Обработанная проба по методике анализа в большинстве методов подвергается колориметрированию (визуально либо фотометрически) или титруется.



О визуальном колориметрировании пробы см. особенности выполнения анализа колориметрическими методами в п. 6.3.1.



О фотометрировании пробы см. в п. 6.3.2 и в тексте определений соответствующих показателей.



Титрование пробы может выполняться в упрощённом варианте (укороченная пипетка со шприцем) либо с применением пипетки (бюretki) в титровальной установке.

При титровании необходимо определить объём раствора титранта как разность между объёмом раствора в пипетке в начале и по окончании титрования. Подробнее об операциях при титриметрическом определении см. в п. 6.4.

Расчётная формула

В ряде определений предусмотрен **расчёт результатов анализа**, который может выполняться по полной либо упрощённой формуле.

6.2 Использование очищенной воды для химического анализа

В технологиях аналитического химического контроля большое значение имеет обеспечение чистоты применяемых реагентов и растворов, вводимых в пробу при её при анализе. Это касается приготовления некоторых водных растворов потребителем из имеющихся в изделии компонентов (например, растворов титранта), а также разбавления водой пробы, что также предусмотрено в некоторых методиках.

При выполнении химического анализа воды, как правило, аналитики используют дистиллированную либо бидистиллированную воду. В аналитическом химическом контроле по ряду показателей необходимо использовать воду, специально очищенную от компонента, концентрация которого является измеряемым показателем. Особенно важно данное правило обеспечивать при определении малых концентраций, т. е. таких, остаточное значение которых в используемой воде сопоставимо с измеряемыми концентрациями этого же вещества.

Обязательное применение специально очищенной воды вместо дистиллированной или заменяющего её конденсата предусматривается в отраслевых стандартах и других нормативно-технических документах, регламентирующих методы аналитического химического контроля (ОСТ 34-70-953.2, РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91, МУ 08-47/227 и др.). При этом в разных нормативных документах встречаются указания об использовании воды, «очищенной для химического анализа», «очищенной от следов аммиака», обезжелезенной, обессоленной, осветлённой, умягчённой, деионизированной, химически обработанной и др.

В зависимости от характеристик дистиллированной воды либо конденсата, доступных на предприятии, использование очищенной воды для химического анализа может оказаться необходимым для правильного выполнения определения. Использование очищенной воды предусмотрено при выполнении анализа аммиака, железа, кремниевой кислоты и др.

Все растворы, предусмотренные настоящим руководством при подготовке к выполнению определения соответствующего показателя, следует приготавливать с использованием очищенной воды, применение которой не приводит к холостому окрашиванию пробы. В качестве такой очищенной воды могут быть использованы:

- имеющаяся в технологических циклах на предприятии Н-катионированная вода или конденсат;
- специально приготовленная очищенная вода для химического анализа по ОСТ 34.70.953.2 (набор для её приготовления производства ЗАО «Крисмас+» см. в приложении 3);

6.2 Использование очищенной воды для химического анализа

— очищенная вода для химического анализа, приготовленная с применением портативных лабораторно-промышленных установок различных типов, производящих воду требуемой степени очистки.

Очищенную воду, используемую для подготовки к определению, вне зависимости от способа приготовления, следует проверить на соответствие требованиям ГОСТ Р 52501-2005 её степени очистки, требующейся для выполнения анализа по данному показателю.

Приготовление очищенной воды — сложная процедура, требующая профессионализма и тщательности, а также специальных средств оснащения. Для работы по очистке необходимы паспортизованные материалы и специальная посуда, имеющаяся далеко не в каждой лаборатории.

Сущность метода очистки состоит в применении различных технологий фильтрации дистиллированной воды или конденсата через материалы (сорбенты), поглощающие органические примеси, катионы и анионы, а также задерживающие взвешенные нерастворимые частицы различной степени дисперсности.

Для упрощения и облегчения процедур приготовления очищенной воды при аналитическом химическом контроле рекомендуется использовать специальные установки, поставляемые вместе с оборудованием для контроля воды.

ГОСТ Р 52501-2005 устанавливает две степени чистоты воды в зависимости от способа очистки исходной воды либо воды, уже имеющей достаточный уровень чистоты (табл. 5).

Таблица 5

Степени чистоты воды для химического анализа и критерии, определяющие качество

Степень чистоты воды	Признаки качества	Способы приготовления
Степень 1	Вода, в основном свободная от растворимых или коллоидных ионных и органических примесей и отвечающая жёстким аналитическим требованиям	Дальнейшая очистка воды 2-й степени чистоты (обратный осмос, деионизация, фильтрование через мембранный фильтр с размером ячейки 0,2 мкм, двойная перегонка с применением аппаратуры из кварцевого стекла и др.)
Степень 2	Вода с очень низким содержанием неорганических, органических или коллоидных примесей, используемая для чувствительных аналитических методов и определения компонентов в следовых количествах	Неоднократная перегонка либо деионизация, обратный осмос с последующей перегонкой

6 ОСОБЕННОСТИ МЕТОДОВ АНАЛИЗА И ВЫПОЛНЯЕМЫХ ОПЕРАЦИЙ

Согласно требованиям ГОСТ Р 52501-2005, очищенная вода для химического анализа должна отвечать ряду требований (табл. 6) и контролироваться соответствующими методами.

Таблица 6

Требования к показателям очищенной воды

Наименование показателя	Степень чистоты	
	1	2
1 Удельная электрическая проводимость при температуре 25 °C, мСм/м, не более	0,010	0,10
2 Массовая концентрация веществ, восстанавливавших KMnO ₄ (O), мг/л, не более	Не определяется	0,08
3 Оптическая плотность при длине волны 254 нм, в кювете слоя 1 см, ед. оптич. плотности, не более	0,001	0,01
4 Массовая доля остатка после выпаривания при температуре 110 °C, млн ⁻¹ , не более	Не определяется	1,00
5 Массовая концентрация оксида (IV) (SiO ₂), мг/л, не более	0,010	0,02

Вследствие сложности контроля показателей табл. 6 для воды степени чистоты 1 показатели п. 2 и 4 табл. 6 не определяют при условии подтверждения качества контролем других показателей и соблюдением технологии приготовления (очистки) воды. Наиболее надёжным и информативным для оценки пригодности очищенной воды для подготовки к анализу является измерение её удельной электропроводности (п. 1 табл. 6), для чего необходим кондуктометр с соответствующими техническими характеристиками. Из отечественных сертифицированных приборов, позволяющих выполнять измерения малых значений удельной электропроводности, мы рекомендуем к применению в составе портативного оборудования для аналитического химического контроля кондуктометр типа МАРК 603 с датчиком ДП-015.

Следует иметь в виду, что приготовленная по указанным требованиям вода является продуктом, который не подлежит длительному хранению (имеет небольшие сроки годности) ввиду потери своих первоначальных характеристик. Указанные в табл. 6 значения удельной электрической проводимости приведены для свежеприготовленной воды. При хранении очищенной воды в стеклянных сосудах может происходить её загрязнение в силу растворения в воде атмосферной двуокиси углерода, выщелачивания внутренней стеклянной поверхности сосудов и поглощения других возможных примесей (например,

из материала пробки), что, как правило, приводит к изменению первоначальных значений её удельной электрической проводимости очищенной воды.

Для хранения запаса очищенной воды или при использовании для анализа (проверки качества) воду помещают в хорошо закрывающиеся сосуды (бутыли) из боросиликатного стекла, полиэтилена высокого давления или полипропилена таким образом, чтобы бутыль была полностью заполнена водой (ГОСТ Р 52501-2005).

При использовании для хранения очищенной воды бутылей из боросиликатного стекла, их предварительно кипятят в течение не менее 2 ч в растворе соляной кислоты концентрации 1 моль/л, затем — дважды по 1 ч — в дистиллированной воде. При этом необходимо аналитически подтвердить, что вода при хранении в подготовленных сосудах сохраняет своё качество, в том числе по показателям п. 2 и 3 табл. 6.



Необходимо принять все меры предосторожности, чтобы исключить риск загрязнения содержимого бутылей с очищенной водой.

Пригодность очищенной воды к применению в анализе, либо необходимость дополнительной очистки воды рекомендуется подтверждать аналитически в «холостом» опыте, т. е. путём выполнения определения пробы, не содержащей определяемого компонента.

6.3 Анализ колориметрическими методами

Колориметрический метод анализа основан на измерении поглощения света веществом. Определяемый компонент при помощи химико-аналитической реакции переводят в окрашенное соединение, после чего измеряют интенсивность окраски полученного раствора либо сравнивают интенсивность окраски исследуемого раствора с окраской стандартного раствора или плёночной контрольной шкалы. Интенсивность окраски является мерой концентрации анализируемого вещества. Если окраска пробы оценивается визуально, такой метод называется визуально-колориметрическим. При измерении интенсивности окраски проб с помощью прибора — фотоколориметра либо фотометра — метод называется фотометрическим.

Применение при анализе технологий ЗАО «Крисмас+» предусматривает, что полученные окрашенные пробы можно колориметрировать с помощью фотоколориметров (фотометров) в производственных или лабораторных условиях, и это позволяет выполнять количественный анализ, относимый к химическим измерениям с нормированными показателями точности.

6.3.1 Визуально-колориметрические методы

Методы визуальной колориметрии, в отличие от титриметрических методов, специалисты относят к сигнальным или полукаличественным.

При выполнении анализа визуально-колориметрическим методом (рН, аммиак, железо, кремниевая кислота, нитраты, нитриты и др.) определение проводится в специальных колориметрических пробирках или склянках.

Колориметрические пробирки и склянки изготавливаются из бесцветного стекла и могут иметь диаметр 11–15 мм и более (для склянок); они также могут иметь несколько меток — «5 мл», «10 мл» и «20 мл» (для склянок), показывающих объём в миллилитрах (и, следовательно, высоту), до которых следует наполнить пробирку (склянку) пробой исследуемой воды, чтобы обеспечить необходимые условия визуального колориметрирования. Имеющиеся в одном изделии колориметрические пробирки (и, соответственно, склянки для колориметрирования) должны иметь одинаковую форму и диаметр, так как от этих параметров зависит высота слоя окрашенного раствора и, следовательно, интенсивность окраски, что важно для правильного колориметрирования.

Наиболее точные результаты при анализе визуально-колориметрическим методом достигаются, если сравнивать окраску пробы с образцами окраски шкалы растворов-имитаторов². Их приготавливают при необходимости заранее из реактивов-стандартов. Однако следует иметь в виду, что возникающие в процессе реакций окраски обычно малоустойчивы. По этой причине для проведения визуального колориметрирования соответствующие изделия — портативные лаборатории и тест-комплекты укомплектованы также готовыми контрольными плёночными шкалами, на которых воспроизведены по цвету и интенсивности образцы окраски модельных растворов-имитаторов, имеющих известные значения определяемого показателя.

Оценку интенсивности окраски пробы при визуальном колориметрировании производят при достаточной освещённости рассеянным белым светом (искусственным, естественным, комбинированным). Максимальная интенсивность окраски раствора-пробы достигается в тех случаях, когда взгляд выполняющего визуальную оценку направлен сверху (через открытую пробирку либо склянку) вниз, так как при этом слой окрашенного раствора имеет максимальную толщину. При необходимости освещённость пробы и фона усиливают с помощью источника белого направленного света (фонаря, лампы). Визуальное колориметрирование пробы проводят, располагая колориметрическую склянку или пробирку на белом поле контрольной шкалы, наблюдают окраску раствора сверху (рис. 5).

² В лабораториях моделей ВХЭЛ и НКВ-12.1 шкалы на основе растворов-имитаторов используются также при внутреннем (операционном) контроле точности измерений.

За результат анализа при визуальном колориметрировании оператор принимает то значение концентрации образца шкалы растворов-имитаторов или образца окраски контрольной плёночной шкалы, которое он субъективно считает наиболее близким к окраске пробы.

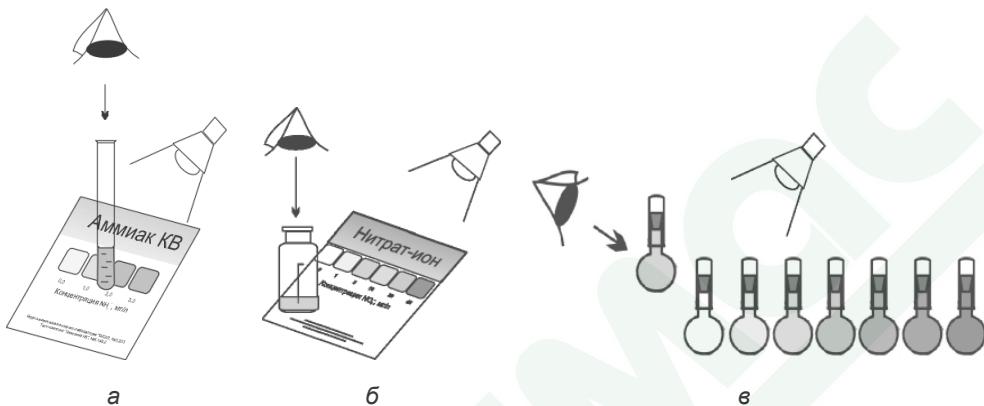


Рисунок 5. Проведение визуально-колориметрического определения по контрольной плёночной шкале с применением колориметрической пробирки (а) и колориметрической склянки (б), а также по шкале с использованием растворов-имитаторов (в)

Если окраска раствора-пробы в колориметрической пробирке (склянке) окажется интенсивнее крайнего образца на шкале с максимальной концентрацией, проводят разбавление пробы, после чего определение повторяют. После колориметрирования вводят поправочный коэффициент, учитывающий степень разбавления пробы.

В случае если анализируемый компонент не подвергается гидролизу при разбавлении пробы, можно выполнить её разбавление и затем колориметрировать уже разбавленную пробу, имеющую известную степень разбавления, после чего в формулу расчёта результата анализа необходимо ввести поправку на разбавление пробы.

Для учёта разбавления пробы значение концентрации, полученной после колориметрирования разбавленной пробы, следует умножить на поправочный коэффициент, равный кратности степени разбавления пробы.

Пример. Перед анализом произвели разбавление пробы в 5 раз, для чего 100 мл пробы смешали с 400 мл дистиллированной воды (кратность разбавления равна 5). Результат анализа по конкретному показателю разбавленной пробы воды (т. е. концентрация анализируемого компонента) равен 0,20 мг/л. Рассчитываем концентрацию данного компонента в исходной (неразбавленной) пробе воды C_A :

$$C_A = 5 \times 0,20 = 0,10 \text{ мг/л.}$$

6 ОСОБЕННОСТИ МЕТОДОВ АНАЛИЗА И ВЫПОЛНЯЕМЫХ ОПЕРАЦИЙ

Следует иметь в виду, что возникающие в процессе колориметрических реакций окраски обычно малоустойчивы, поэтому при выполнении процедур анализа следует придерживаться указанной для данного определения продолжительности операций.

6.3.2 Фотометрические методы

При фотометрическом анализе определяют оптическую плотность исследуемой пробы в стеклянных (или полимерных) кюветах с длиной оптического пути 1–5 см из комплекта фотометра (можно использовать и кюветы с большей длиной оптического пути — до 10 см, однако в этом случае может потребоваться проведение анализа с соответственно увеличенным объёмом пробы). При фотометрическом анализе выполняют измерение значения оптической плотности градуировочных растворов, с дальнейшим расчётом значения концентрации определяемого параметра.

Технологии анализа ЗАО «Крисмас+» позволяют проводить определения с использованием выпускаемых в России и за рубежом промышленных фотометров и спектрофотометров. Выпускаемые отечественной промышленностью современные портативные фотометры (рис. 6 а, в) являются универсальными, так как имеют автономное питание, пригодны для работы в полевых и лабораторных условиях, имеют оригинальное программное обеспечение и позволяют выводить данные на персональный компьютер. Удобным вариантом для теплоэнергетических предприятий и служб водоподготовки (химвдоочистки) можно считать поставляемый ЗАО «Крисмас+» набор-укладку для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К» (рис. 6 б). В наборе, кроме фотометра, работающего в режиме концентратомера, имеются принадлежности — склянки для хранения и транспортировки проб, кюветы и сборник методик измерения. При анализах проб в производственных условиях портативные колориметры удобно использовать в комплекте с ноутбуком.

Применение фотометрического метода, наряду с визуально-колориметрическим, предусмотрено при анализе ряда показателей (табл. 1).

Необходимым этапом фотометрического анализа является построение градуировочной характеристики, которая должна быть выполнена заблаговременно в соответствии с используемой методикой анализа. В приборах, поставляемых в составе портативных лабораторий от ЗАО «Крисмас+», концентрация анализируемого вещества выводится автоматически на дисплей фотоколориметра непосредственно при фотометрировании, так как прибор поставляется уже запрограммированным на автоматический расчёт значений концентрации при анализе, и в него уже введены параметры градуировочных характеристик. В этом случае прибор работает в режиме концентратомера.



а



б



в



г

Рисунок 6. Фотометры:

- а — универсальный фотометр марки «Экотест-2020»;
- б — набор-укладка для полевого фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»;
- в — универсальный фотометр марки «Эксперт-003»;
- г — лабораторный фотометр марки КФК-3

6 ОСОБЕННОСТИ МЕТОДОВ АНАЛИЗА И ВЫПОЛНЯЕМЫХ ОПЕРАЦИЙ

К приборам, способным работать в режиме концентратомера, относятся фотометры «Экотест-2020», «Эксперт-003». Соответствующие технические данные и особенности применения приборов приводятся в документации на них.

Однако не все фотометры могут работать в режиме концентратомера. Для таких приборов определение концентрации компонента проводится в режиме подключения прибора к персональному компьютеру или при считывании каждого полученного значения оптической плотности. В данном случае значение концентрации определяется по графической градуировочной характеристике, построенной потребителем заблаговременно по алгоритму, приведённому в методике измерений. Аналогично следует действовать потребителю при использовании работоспособных фотометров устаревших моделей.

При фотометрировании пробы в ходе анализа предусматривается выполнение всех операций с использованием комплектующих и реагентов, имеющихся в составе соответствующего изделия (указаны в разделе 10 при описании процедур анализа некоторых показателей).

Полный перечень оборудования, используемого при фотометрическом определении, приведён в соответствующей методике выполнения определения. В общем случае кроме средств комплектации из состава тест-комплекта или портативной лаборатории при фотометрическом определении используется фотометр с набором кювет 10 мм, вода дистиллированная и стандартный образец состава для соответствующего компонента, а также следующее оборудование для построения градуировочной характеристики (если прибор градуируется потребителем): пипетки градуированные (1–10 мл), колбы мерные (50, 100, 1000 мл) и другое оборудование, имеющееся обычно в аналитических лабораториях.

Примечание. Рекомендуется использование многофункционального набора посуды для химического анализа (приложение 4).

Фотометрирование позволяет существенно повысить точность анализа, однако требует большей тщательности и квалификации в работе. Как уже указывалось, необходимым этапом реализации фотометрической методики анализа является предварительное построение градуировочной характеристики, что описано в применяемой методике. Оценка параметров градуировочной характеристики фотометрической методики анализа позволяет при необходимости, выявить диапазон линейности характеристики, визуализировать диапазон ошибок и др., что может иметь значение для подтверждения правильности измерений.

Возможность визуализации градуировочной характеристики, обеспечиваемая при измерениях концентраций веществ в воде с применением фотометра «Экотест-2020» и других современных приборов, приводит к значительной экономии времени оператора на ручных графических построениях.

6.4 Анализ титриметрическими методами

Титриметрический метод анализа основан на количественном определении объёма раствора одного из двух веществ, вступающих между собой в реакцию, причём концентрация одного из них должна быть точно известна. Метод заключается в том, что к определяемому веществу в пробе прибавляют раствор реагента известной концентрации (титранта) до тех пор, пока его количество не станет эквивалентным количеству прореагированного с ним определяемого вещества. При анализе раствор титранта помещают в бюретку (пипетку) и осторожно малыми порциями приливают его к исследуемому раствору. Эта операция называется титрованием. В момент окончания реакции достигается точка эквивалентности. В точке эквивалентности затраченное на титрование количество (моль) титранта равно и химически эквивалентно количеству (моль) определяемого компонента. Точку эквивалентности обычно определяют, вводя в раствор соответствующий индикатор и наблюдая за резким изменением окраски.

Особенностью титриметрических методов анализа является зависимость объёма раствора титранта от уровня контролируемой концентрации. Это обусловлено тем, что расходуемые при титриметрическом определении реагенты могут включать растворы с неизменным расходом на одно определение, но они обязательно включают раствор титранта, расход которого при анализе не постоянен и зависит от фактической концентрации титруемого компонента. Расход титранта можно считать связанным расчётной формулой (имеются в описании методик определения, см. раздел 10) со значением показателя, заданным для контроля. Это приводит к необходимости устанавливать ресурс изделий при титриметрическом определении в виде интервала значений количества анализов.

При выполнении анализа титриметрическим методом (щёлочность, хлорид-ионы, общая жёсткость) определение проводят в конических колбах различной вместимости. В процессе титрования раствор перемешивают круговыми движениями либо встряхиванием.

Объёмы растворов титрантов дозируют с помощью бюреток, градуированных пипеток или более простых дозирующих устройств — шприцев, полимерных пипеток и др. (рис. 7). Наиболее удобны для титрования бюретки.

6 ОСОБЕННОСТИ МЕТОДОВ АНАЛИЗА И ВЫПОЛНЯЕМЫХ ОПЕРАЦИЙ

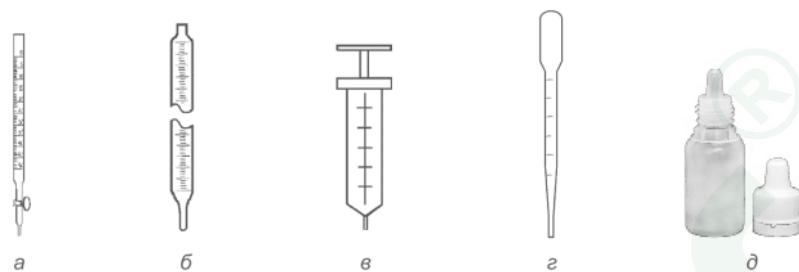


Рисунок 7. Средства дозировки растворов:

а — бюретка с краном; б — градуированная пипетка; в — шприц-дозатор;
г — пипетка полимерная; д — флакон-капельница с крышкой

Для удобства заполнения градуированных пипеток растворами и титрования их герметично соединяют со шприцем-дозатором, используя соединительную силиконовую трубку (рис. 8).



Запрещается заполнение пипеток растворами путём всасывания растворов ртом.

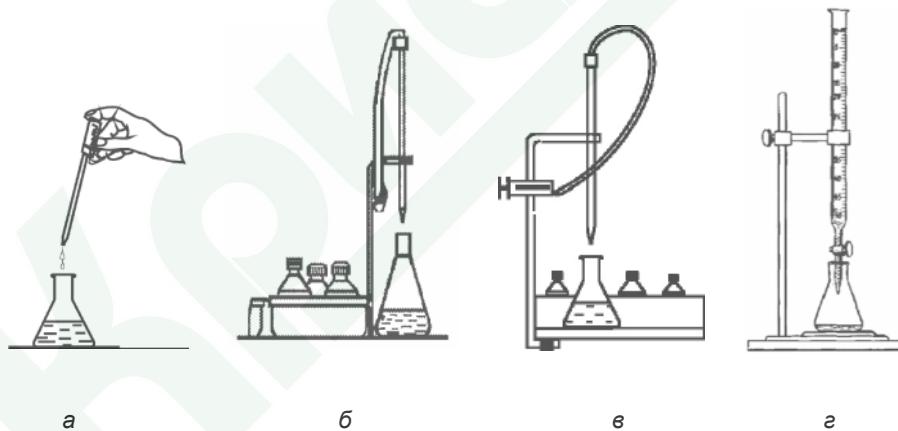


Рисунок 8. Установки для титрования в штативах:

а — укороченная пипетка со шприцем, удерживаемая рукой;
б — градуированная пипетка со шприцем в стойке-штативе, устанавливаемой
на стенке укладочного контейнера тест-комплекта;
в — то же из состава ВХЭЛ (на откидном столике);
г — бюретка в лабораторном штативе

Удобной в применении является установка для титрования, входящая в состав портативных лабораторий ВХЭЛ и др. (рис. 8 в), имеющих корпуса с откидывающимся к оператору столиком. Такая установка для титрования (приведена на рис. 9) представляет собой лёгкую сборную конструкцию, позволяющую удобно выполнять титрование с использованием градуированной пипетки, соединённой через полимерную трубку (6) со шприцем, при этом все указанные составные части размещаются и фиксируются на своих местах на съёмной стойке-штативе. Стойка-штатив (2) плотно устанавливается в петлю (1) на рабочем столике оператора. Стойка-штатив снабжена креплениями для стандартных калиброванных шприцев разного объёма от 2 до 10 мл (5), а также для различных градуированных пипеток разного диаметра объёмом до 10 мл (9). Надёжное фиксирование пипетки в отверстии штатива на нужной высоте достигается использованием ограничительного кольца из полимерной трубы, расположенного на пипетке на нужной высоте (8). В качестве ограничительного кольца можно использовать готовые кольца, предусмотренные в составе комплекта, или отрезанные от соединительной трубы (6).



Рисунок 9. Установка для титрования с магнитной мешалкой:

- 1 — петля;
- 2 — стойка-штатив;
- 3 — магнитная мешалка;
- 4 — титровальная колба;
- 5 — крепления для размещения дозирующих шприцев;
- 6 — соединительная трубка;
- 7 — пипетка градуированная;
- 8 — ограничительное кольцо на пипетке;
- 9 — отверстие для размещения пипеток

6 ОСОБЕННОСТИ МЕТОДОВ АНАЛИЗА И ВЫПОЛНЯЕМЫХ ОПЕРАЦИЙ

Раствор при титровании удобно перемешивать с использованием магнитной мешалки (рис. 9 3). Установка для титрования позволяет в производственных и лабораторных условиях удобно и точно дозировать растворы, жидкие реагенты, а также пробы.

Следует иметь в виду, что измерение объёма водного раствора в бюретках, градуированных пипетках, мерных пробирках, мерных колбах проводится **по нижнему краю мениска** жидкости, который в случае водных растворов всегда вогнут (рис. 10). При этом глаз наблюдателя **должен быть на уровне метки**. Нельзя выдувать последнюю каплю раствора из пипетки или бюретки. Необходимо также знать, что вся мерная стеклянная посуда калибруется и градуируется при температуре 20 °C, поэтому для получения точных результатов измерения объёмов с применением пипеток, бюреток, мерных колб и т. п. температура растворов должна быть близка к комнатной.



Рисунок 10. Наблюдение уровня жидкости (мениска) при титровании.

Общий порядок выполнения операций при титровании

1.

Соберите установку для титрования в её полном (рис. 9) или сокращённом (рис. 8 в) виде.

Примечание. В тех случаях, когда стойка-штатив не используется, шприц соединяется с градуированной пипеткой через отрезок соединительной трубки, и данная система удерживается оператором в руках (рис. 9 а).



При работе со стеклянными пипетками соблюдайте осторожность: опасайтесь чрезмерных усилий при надевании соединительной полимерной трубки или её отрезка — фиксирующего кольца на конец пипетки во избежание её поломки и возможного ранения рук осколками стекла.

2.

Заполните раствором титранта градуированную пипетку. Для этого конец пипетки опустите в склянку (флакон) с раствором титранта и, выдвигая поршень шприца, заполните полость пипетки.

3.

Выполните титрование пробы. Для этого в коническую колбу или склянку поместите пробу и необходимые реагенты, как указано в описании выполнения определения. Далее колбу (склянку) с пробой и реагентами

поместите под градуированную пипетку таким образом, чтобы носик пипетки был направлен в центр колбы и опущен ниже верхнего края колбы на 1–2 см. Постепенно вдвигайте поршень шприца для переноса раствора титранта из пипетки в титруемую пробу, покачивая колбу для перемешивания содержимого. Наблюдайте изменение окраски пробы. В момент наиболее быстрого изменения окраски пробы раствор из пипетки добавляйте медленно, по каплям, при непрерывном перемешивании пробы от руки или магнитной мешалкой. При изменении окраски пробы следует добавление раствора прекратить и выждать 0,5–1 мин. Если окраска пробы восстановится, добавьте ещё немного раствора до изменения окраски. Моментом окончания титрования и соответствующим объёмом раствора титранта следует считать такое его значение (V_k), после добавления которого прибавление нескольких капель титранта уже не вызывает изменения окраски раствора.



4.

Определите объём раствора титранта, израсходованный на титрование, как разность между количеством раствора в пипетке в начале и по окончании титрования:

$$V = V_H - V_K.$$

Для уверенного визуального определения момента окончания титрования в случаях, когда в точке эквивалентности изменение окраски недостаточно контрастно, окраску титруемой пробы полезно сравнивать с окраской контрольной пробы, которая приготавливается аналогично титруемой пробе (такую пробу также часто называют свидетелем). В качестве такой пробы в зависимости от конкретной методики обычно выбираются точки начала (до перехода окраски) или окончания титрования (после очевидного завершения перехода окраски). В некоторых тест-комплектах и портативных лабораториях ЗАО «Крисмас+» титрование предусмотрено проводить, сравнивая окраску пробы с окраской бумажного цветового образца начала и окончания титрования. Переход окраски в прозрачных растворах лучше проводить на белом фоне (на фоне листа белой бумаги).



При эксплуатации лаборатории ВХЭЛ оператору надлежит руководствоваться настоящим пособием. Рекомендуется также предварительно ознакомиться с правилами водно-химического анализа, описанного в издании:

Руководство по аналитическому химическому контролю при водоподготовке и эксплуатации котельного оборудования («Крисмас+», 2023).

Анализ с применением тест-комплектов и портативных лабораторий ЗАО «Крисмас+» может выполнять лаборант (оператор) со средним специальным образованием, ознакомленный с правилами техники безопасности, освоивший приведённые методики, имеющий навыки выполнения химико-аналитических операций (отбора проб, титрования, использования шкал для визуального колориметрирования и др.), прошедший проверку знаний и правил безопасной работы и допущенный к работе согласно действующим на предприятии (объекте) инструкциям.

Несколько более сложен анализ на содержание нитратов, фосфатов, растворённого кислорода, требующий более глубоких знаний и практических навыков в освоении методик.

В ходе проведения анализа и при подготовке к ним некоторые работы требуют от персонала тщательности и надлежащей квалификации. К таким работам, требующим от персонала навыков работы в химической лаборатории (использования различной мерной посуды, аналитического взвешивания, знаний при пересчётах концентраций и др.), относятся операции, выполняемые при внутреннем контроле точности определений, а также работы при построении градуировочной характеристики, которые выполняются заблаговременно в соответствии с используемой методикой анализа и являются необходимым этапом фотометрического определения. Требует соответствующих знаний и навыков также применение приборов контроля воды.

К работе с оборудованием могут привлекаться учащиеся групп профессионального обучения при условии ознакомления их с методиками анализа, выполняемыми операциями, правилами безопасной работы и обязательного контроля со стороны специалиста, проводящего обучение.

8 МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

8.1 Общие сведения и правила безопасности при работах по аналитическому химическому контролю



Перед тем, как приступить к работе с портативной лабораторией или тест-комплектом, необходимо подробно ознакомиться с настоящим руководством и документацией к применяемому изделию.

Выполняемые работы, включая отбор и консервацию проб, подготовку к анализу, выполнение определения, утилизацию, должны проводиться опытным оператором, прошедшим обучение приёмам и правилам безопасного выполнения работ, получившим допуск к работам согласно установленным на предприятии инструкциям.

Имеющиеся в составе портативного оборудования, производимого ЗАО «Крисмас+», химические реагенты, растворы и материалы находятся в количествах, не создающих угрозу безопасности и жизни людей, а также окружающей среде при условиях соблюдения установленных правил транспортирования, хранения, безопасной работы и утилизации.

Тест-комплекты и портативные лаборатории ЗАО «Крисмас+» не содержат взрывоопасных, ядовитых или наркотических веществ, а входящие в состав изделий реагенты и растворы герметично упакованы во флаконы и не представляют опасности при соблюдении необходимых мер безопасности.



При выполнении аналитического химического контроля с применением портативных лабораторий ВХЭЛ и тест-комплектов, а также при выполнении сопутствующих работ необходимо соблюдать правила безопасности при проведении:

- подготовительных операций к анализу, а также операций по выполнению определений, особенно имеющих соответствующие знаки безопасности (приведены в настоящем разделе);*
- утилизации отработанных растворов, проб, а также реагентов с истёкшим сроком годности (приведены в п. 8.5).*

При работе с любыми химическими веществами и растворами настоятельно рекомендуется применять средства индивидуальной защиты — защитные очки и защитные перчатки, имеющиеся в составе портативных лабораторий и тест-комплектов, или аналогичные средства защиты.

8 МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

Отбор и подготовка проб и проведение испытаний проводятся в соответствии с разделами 9 и 10 настоящего руководства.

При выполнении некоторых операций используются реагенты и (или) растворы, представляющие повышенную опасность (указаны ниже в данном разделе). Операции по приготовлению, применению и утилизации таких растворов следует выполнять с обязательным использованием защитных очков и перчаток, а также нарукавников и фартука (рекомендуется).

Знаки безопасности:



Осторожность при выполнении данной операции (указывается, что именно надо принять во внимание)



Использование защитных очков



Использование защитных перчаток

Перед проведением любых работ с применением портативного контрольного оборудования, производимого ЗАО «Крисмас+», следует подробно ознакомиться с настоящим руководством и сопроводительной документацией, в том числе с документацией к дополнительным модулям и приборам. Оператор должен практически освоить выполнение необходимых операций с контролем соблюдения правильных и безопасных приёмов работы и получением допуска к работам.

Химические реагенты и растворы, используемые при анализах, приведены в тексте каждого определения, а их размещение в изделии — в прилагаемых паспортах и другой сопроводительной документации. Операции при приготовлении растворов и при выполнении определений, создающие факторы опасности, требующие при работе дополнительной осторожности и тщательности, приведены в п. 8.4 и особо отмечены в тексте описаний (раздел 10).

Необходимые при выполнении анализа реагенты, растворы и растворители следует содержать в предусмотренных для них герметично закрываемых стеклянных или полимерных флаконах с этикетками. Растворы следует приготавливать с учётом фактической потребности в них и сроков их годности при соблюдении правил, приведённых в настоящем руководстве.

При работе следует руководствоваться основными правилами безопасности с химическими веществами, предусмотренными для работы в химических лабораториях, с учётом требований пожарной безопасности:

- 1) все операции, связанные с использованием химических реагентов и растворов, их приготовлением и утилизацией, проводить с применением средств индивидуальной защиты (халат/костюм, защитные очки, перчатки, при работах с кислотами и сухими щелочами применять резиновый фартук и нарукавники);
- 2) избегать попадания химических реагентов и растворов на слизистые оболочки, кожу, одежду, предметы, приборы;
- 3) запрещается принимать пищу (питьё) на месте проведения работ;
- 4) во время проведения работ запрещено курение и использование открытого огня;
- 5) при работе со стеклянной посудой соблюдать осторожность во избежание порезов;
- 6) обращать внимание на герметичность упаковки реагентов и растворов, а также на наличие хорошо и однозначно читаемых этикеток;
- 7) все работы с химическими реагентами проводить в вытяжном шкафу, а при его отсутствии — в хорошо проветриваемом помещении;
- 8) избегать вдыхания химических составов, особенно образующих пыль и пары;
- 9) химические реактивы брать только шпателем, пинцетом или специальной ложечкой (не руками!);
- 10) при отборе растворов пипетками пользоваться шприцем-дозатором с соединительной трубкой из состава оборудования (не втягивать растворы в пипетку ртом!);
- 11) проводить утилизацию отработанных проб, а также остатков реагентов и растворов по правилам, описанным в п. 8.5.

Для выполнения операционного аналитического контроля **ЗАПРЕЩАЕТСЯ использовать реагенты и растворы с истекшим сроком годности.**

Некоторые части в составе портативного оборудования содержат реагенты и растворы, которые, после выполнения анализа проб или по истечении сроков годности, могут представлять опасность для здоровья, причинять вред имуществу и окружающей среде. По этой причине реагенты и растворы после отработки или по истечении срока годности, а также отработанные пробы подлежат обязательной утилизации.



Отработанные реагенты и растворы необходимо сливать в отдельные склянки для последующей утилизации или передачи в организации, занимающиеся утилизацией химических веществ.

8 МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

Работы по отбору проб следует проводить в соответствии с инструкцией, разработанной на объекте.



Следует иметь в виду, что в рабочем пространстве оператора могут располагаться электропотребляющее оборудование, а также оборудование, работающее под большим избыточным давлением (до 35 кг/м² и более), с потоками воды и пара при температурах свыше 100 °C, что требует необходимости соблюдения соответствующих правил работы.

Работы по отбору проб сред и потоков, подготовке к проведению анализа и выполнению анализа (приведены в разделах 9 и 10) следует проводить, используя средства индивидуальной защиты — защитные очки или маску, а также защитные перчатки и резиновый фартук. При наличии на объекте специальной инструкции по технике безопасности следует руководствоваться ею наряду с соблюдением правил, изложенных в настоящем руководстве и в со-проводительной документации на оборудование для химического анализа.

При применении портативных лабораторий и тест-комплектов, а также при хранении оборудования следует иметь в виду, что имеющиеся в их составе химические вещества и растворы требуют особого обращения, в том числе:

- 1) хранения в специальном месте, недоступном для неспециалистов (учащихся);
- 2) использования только персоналом, выполняющим работы;
- 3) учёта при расходовании.

8.2 Правила работы с едкими химическими веществами и растворами

Сведения о применяемых химических реагентах и растворах при анализе указаны в тексте определений конкретных показателей, а также в пп. 8.3 и 8.4.

В некоторых определениях, проводимых при аналитическом химическом контроле, предусмотрено использование растворов кислот и едких щелочей. К ним относятся растворы, содержащие серную, солянную, азотную, уксусную кислоту; растворы гидроксида натрия и аммиака; щелочные буферные растворы, раствор молибдата аммония сернокислотный и др.

Повышенное внимание требуется при выполнении операций с применением растворов кислот и щелочей. Они обладают сильным разъедающим действием при попадании на слизистые оболочки, кожные покровы, одежду, обувь, оборудование и т. п. При попадании таких растворов на кожу поражён-

8.2 Правила работы с едкими химическими веществами и растворами

ное место следует быстро промокнуть раствор любым тампоном (ветошь, салфетка, тряпка и т. п.), место попадания обильно промыть струёй воды и вымыть с мылом, и при необходимости обратиться к специалисту в медицинское учреждение.

Особенно опасны растворы кислоты и щелочей при попадании в глаза. В этом случае глаза необходимо немедленно обильно промыть несильной струёй воды, 2% водным раствором соды (при попадании кислот) или 3% водным раствором борной кислоты (при попадании растворов щелочей) и незамедлительно обратиться к врачу.

Несмотря на то, что в поставляемых ЗАО «Крисмас+» изделиях содержатся готовые к применению водные растворы или растворы на основе разбавленных растворов кислот и щелочей (буферные растворы), в настоящем руководстве предусмотрено приготовление потребителем некоторых растворов самостоятельно, по мере потребности в них, имея сведения об их составе и методику приготовления в разделе 10 настоящего руководства в соответствующих пунктах подготовки к анализу.



Разбавление концентрированных кислот и растворение сухих едких щелочей, а также работа с их концентрированными растворами должна выполняться в вытяжном шкафу, в хорошо проветриваемом помещении, на поддонах в средствах индивидуальной защиты (очкиах, перчатках, респираторе, резиновых фартуке и нарукавнике).

Некоторые растворы, для приготовления которых необходимо разбавлять концентрированные кислоты или растворять сухую едкую щёлочь, следует готовить при обязательном соблюдении предписанных правил безопасности. При разбавлении водой концентрированных кислот и сухих едких щелочей выделяется большое количество тепла. Разбавление необходимо выполнять осторожно и постепенно, **приливая кислоту или добавляя сухую едкую щёлочь к воде малыми порциями при непрерывном перемешивании**. При разбавлении необходимо контролировать температуру раствора. Выделяющееся тепло необходимо отводить путём охлаждения раствора, например, на холодной водяной бане (иначе раствор может вскипать и разбрызгиваться). Разбавление следует проводить в подходящей термостойкой и химически стойкой посуде (например, фарфоровом стакане, колбе из термостойкого стекла).

При консервации проб растворами кислот, проводимой при анализе некоторых показателей в технологиях водоподготовки, необходимо учитывать факторы химической опасности и соблюдать правила безопасной работы.

8.3 Правила работы с растворителями и опасными химическими веществами

8.3.1 Правила работы с растворителями

При консервации некоторых проб, а также при выполнении отдельного анализа используются органические растворители.

Ниже приведены свойства растворителей, используемых при выполнении анализа проб воды.

Четырёххлористый углерод CCl_4 применяется при экстрагировании проб нефтепродуктов. Обладает токсическим действием при вдыхании его паров и при попадании капельножидкого растворителя на кожные покровы. Негорюч. Класс опасности 2 (высоко опасен). ПДК в воздухе рабочей зоны $20 \text{ мг}/\text{м}^3$.

Работать с указанными растворителями и растворами на их основе следует в вытяжном шкафу. Учитывая небольшие количества используемых растворителей при анализе, можно допустить выполнение анализа с их применением в хорошо проветриваемых помещениях. При этом следует исключить возможность вдыхания паров растворителей и попадания их в капельножидкому виде на одежду, кожные покровы и слизистые оболочки.

При нарушении правил безопасной работы, в случае ощущения в воздухе паров растворителя (пары обладают характерным запахом), работы следует немедленно прекратить и проветрить помещение. При попадании капельножидкого растворителя и растворов на его основе на кожные покровы и слизистые оболочки необходимо сразу же собрать их салфеткой, а соответствующий участок промыть тёплой водой с мылом.

8.3.2 Правила работы с опасными химическими реагентами и растворами

Сведения о химических реагентах и растворах, обращение с которыми требует повышенного внимания и особо тщательного соблюдения мер безопасности, а также меры первой помощи приведены ниже в данном разделе и в паспорте на конкретное изделие.

При работе с растворами следует применять индивидуальные средства защиты (защитные очки, перчатки, халат), а также соблюдать правила личной гигиены, не допускать попадания реактива внутрь организма, на кожу и слизистые оболочки.

Работы, связанные с использованием указанных соединений и их растворами (взвешивание, приготовление растворов и т. д.), следует проводить в вы-

тяжном шкафу над поддоном. После работы следует тщательно вымыть руки теплой водой с мылом.

Ртуть азотнокислая (II) 1-водная используется при определении растворённого кислорода в производственных водах. В состав изделия входит в виде водного раствора 10% и в виде соли для приготовления потребителем израсходованного раствора. Представляет собой бесцветные прозрачные кристаллы, расплывающиеся на воздухе, имеет формулу $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \times \text{H}_2\text{O}$. Ртуть азотнокислая (II) 1-водная является высокоопасным соединением, по степени воздействия на организм человека относится к веществам 1-го класса опасности³. ПДК в воздухе рабочей зоны 0,2 мг/м³. Работы с раствором азотнокислой ртути и сухим реагентом следует проводить при обязательном применении индивидуальных средств защиты, соблюдении правил личной гигиены. Не допускать попадания реактива внутрь организма, на кожу и слизистые оболочки. Работы, связанные с использованием соединений ртути (взвешивание, приготовление растворов и т. д.), следует проводить в вытяжном шкафу над поддоном. После работы с солями ртути следует тщательно вымыть руки теплой водой с мылом.

Реактив Несслера. Представляет собой щелочной раствор комплексной соли калия, ртути и йодистоводородной кислоты — тетрайодомеркурата (II) калия, имеющего формулу $\text{K}_2[\text{HgI}_4] \times 2\text{H}_2\text{O}$. Широко применяется в качестве реагента для определения иона аммония. ПДК в воздухе для тетрайодомеркурата (II) калия не установлена, однако, являясь содержащей ртуть щелочной смесью, реактив Несслера требует обращения с соблюдением всех указанных в настоящем руководстве правил безопасности. При попадании реактива Несслера или содержащих его проб и растворов на кожу или слизистые оболочки возникает сильное раздражение, которое может привести к ртутному отравлению.

Реактив Грисса имеется в составе ряда изделий в виде сухой смеси и широко применяется в качестве реагента при определении нитрат-ионов и нитрит-ионов. Представляет собой смесь альфа-нафтиламина (его в сухом реактиве 1%), сульфаниловой кислоты и винной кислоты. Реактив Грисса относится к 4-му классу опасности (малоопасен). Оказывает раздражающее воздействие как на кожные покровы, так и на слизистые. Важно, что имеющийся в составе реактива Грисса альфа-нафтиламин обычно содержит технологическую примесь — небольшую долю бета-нафтиламина, обладающего канцерогенными свойствами. Поэтому, несмотря на отсутствие канцерогенных свойств у альфа-нафтиламина, небольшое содержание бета-нафтиламина в реактиве Грисса

³ Здесь и далее приведены классы опасности химических веществ по воздействию на организм человека по ГОСТ 12.1.007.

8 МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

и небольшие количества реактива Грисса в пробе при анализе, обращаться с ним следует с соблюдением указанных в настоящем руководстве правил безопасности. При попадании реактива Грисса или его растворов на кожу место поражения необходимо протереть чистой салфеткой и промыть струей чистой воды с мылом.

Гидроксиламин солянокислый имеется в составе изделий в виде 2%-го раствора. Применяется для устранения мешающего влияния марганца в определении общей жёсткости производственных вод, мешающего влияния железа при определении марганца в природной воде и др. Относится к малоопасным веществам, 4-й класс опасности. Гидроксиламин солянокислый может вызывать раздражение глаз, кожных покровов и дыхательных путей. При попадании раствора гидроксиламина солянокислого на кожные покровы промыть большим количеством воды. При попадании в глаза промыть большим количеством воды, затем обратиться к врачу.

Натрий сернистый 9-водный входит в состав изделия в виде соли (гигроскопических сероватых кристаллов). Используется потребителем для приготовления 10%-го раствора для устраниния мешающего влияния ионов меди и цинка при определении общей жёсткости. Натрий сернистый при попадании на слизистые оболочки и кожу может вызывать их раздражение, при попадании в глаза может вызывать их поражение. Опасен при проглатывании. Класс опасности — 2.

При попадании реагента на кожу необходимо немедленно смыть его большим количеством воды. При попадании в глаза промыть большим количеством воды (не менее 20 мин), затем обратиться к врачу. При проглатывании прополоскать рот большим количеством воды и срочно обратиться к врачу.

Олово двуххlorистое 2-водное в состав изделия входит в виде соли, из которой потребитель самостоятельно приготавливает раствор восстановителя для определения фосфатов. Олово двуххlorистое ($\text{SnCl}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$) крайне опасно при проглатывании и вдыхании, вызывает ожоги кожи и повреждения глаз, может вызвать кожную аллергическую реакцию.

При работе с двуххlorистым оловом и его растворами следует соблюдать правила личной гигиены, не допускать попадания реагента в рот, на кожу и слизистые оболочки, в глаза.

При попадании двуххlorистого олова и его растворов на кожу, немедленно промыть поражённое место большим количеством воды, при попадании в глаза осторожно промыть их водой в течение 10–15 мин и обратиться к врачу, при проглатывании срочно прополоскать рот и выпить большое количество воды, немедленно обратиться к врачу.

Пикриновая кислота в состав изделия входит в виде ярко-жёлтого кристаллического вещества, из которого потребитель самостоятельно приготавливает раствор шкалы имитационных растворов для определения кислорода. Пикриновая кислота (2,4,6-тринитрофенол) может вызывать раздражение глаз, кожных покровов и дыхательных путей. Опасна при проглатывании.

При попадании пикриновой кислоты и её растворов на кожу, немедленно промыть поражённое место большим количеством воды, при попадании в глаза осторожно промыть глаза водой в течение нескольких минут, при проглатывании срочно прополоскать рот и выпить большое количество воды, немедленно обратиться к врачу.

Серная кислота концентрированная (98%, плотность 1,84 г/л) применяется при приготовлении некоторых аналитических растворов. Является высокоопасным веществом 2-го класса опасности. ПДК для паров серной кислоты в воздухе рабочей зоны — 1 мг/м³. Обладает сильным разъедающим действием при попадании на кожные покровы, слизистые оболочки, одежду, обувь, оборудование и т. п. Серная кислота и её растворы особенно опасны при попадании в глаза. В этом случае пораженное место необходимо обильно промыть несильной струей воды, 2% водным раствором соды и срочно обратиться в медицинское учреждение к специалисту.

Соляная кислота применяется для приготовления некоторых аналитических растворов в виде крепкого водного раствора (1 : 1). Вследствие содержания растворённого хлороводорода (HCl) растворы соляной кислоты обладают раздражающим действием при попадании на кожные покровы, слизистые оболочки. Особенно опасен при попадании в глаза. В этом случае поражённое место необходимо быстро и обильно промыть струей воды, при необходимости срочно обратиться к специалисту. При попадании на кожу поражённое место обильно промыть струей воды и вымыть с мылом.

Щёлочь едкая (гидрокись натрия, амиак водный) применяется при приготовлении некоторых аналитических растворов. Представляет опасность при попадании в виде концентрированных растворов в глаза, на кожные покровы, одежду. Обладает сильным разъедающим действием при попадании на слизистые оболочки, кожные покровы, одежду, обувь, оборудование и т. п. Растворы щёлочи особенно опасны при попадании в глаза. В этом случае поражённое место необходимо быстро и обильно промыть несильной струей воды, 3%-м раствором борной кислоты и обратиться к врачу.

8.4 Основные факторы опасности при выполнении работ

В табл. 7 приведены операции при химическом контроле, требующие повышенного внимания ввиду повышенной опасности применяемых (приготавливаемых) реагентов и растворов и необходимости выполнения с обязательным использованием средств индивидуальной защиты.

Таблица 7

Операции при химическом контроле, представляющие повышенную опасность

Определяемый показатель	№ пп. метода определения	Характеристика операции	Стадия анализа
Аммиак	10.1.1.3	Операции с реагентом Несслера	Выполнение определения
Железо общее	10.3.1	Обработка посуды для отбора проб кипячением с конц. соляной кислотой. Операции с серной кислотой 25%	Отбор проб
		Операции с раствором аммиака 10%	Выполнение определения
Кислород	10.8.1	Приготовление раствора индигокармина кислого — растворение индигокармина с конц. серной кислотой на горячей водяной бане. Приготовление раствора азотнокислой ртути из навески	Подготовка к анализу
		Приготовление амальгированного цинка	Подготовка редуктора
Кремниевая кислота	10.9.1	Операции с серной кислотой 5 моль/л	Выполнение определения
		Операции с раствором аммиака 25%	Подготовка к анализу
Нитраты	10.11.1	Операции с реагентом Грисса	Выполнение определения
Нитриты	10.12.1	Операции с реагентом Грисса	Выполнение определения
Фосфаты	10.19.1	Операции с молибдатом аммония (содержит серную кислоту)	Выполнение определения

8.5 Правила утилизации

Отработанные в ходе подготовительных и контрольных операций реагенты и растворы, проанализированные пробы, а также отработанные растворы и растворы с истёкшим сроком годности подлежат утилизации.

Все работы по утилизации отработанных проб, а также аналитических реагентов и растворов должны выполняться в условиях вентилируемого или хорошо проветриваемого помещения. Утилизацию следует проводить на поддоне, в защитных очках, перчатках, халате, резиновом фартуке и нарукавниках.

Все *смешивающиеся с водой* отработанные пробы и растворы после анализа, а также растворы и жидкые реагенты необходимо сливать в отдельную хорошо закрывающуюся склянку и проводить их нейтрализацию растворами щелочей или кислот с концентрацией 5–10% (это удобнее делать в лабораторных условиях). Нейтрализацию проводят, добавляя постепенно соответствующие растворы и контролируя кислотность раствора по универсальной индикаторной бумаге до значения pH 6–8. Нейтрализованные растворы следует разбавлять большим количеством воды (1 : 100) и сливать в канализацию как бытовые сточные воды, либо утилизировать согласно действующей на предприятия инструкции.

Неизрасходованные сухие реагенты допускается утилизировать посредством растворения в воде до концентрации раствора 5–10% с дальнейшим многократным (1 : 100) разбавлением раствора водой, нейтрализацией и утилизацией как бытовые сточные воды, как указано выше.

Жидкие смешивающиеся с водой растворы после утилизации, нейтрализации и разбавления следует считать отходами 5-го класса опасности (практически неопасными)⁴.

Следующие компоненты изделия следует утилизировать с привлечением специализированной организации:

- не смешивающиеся с водой растворители и пробы;
- реагенты и растворы, содержащие соли ртути (реактив Несслера и т. п.);
- сухие реагенты — неизрасходованные, загрязнённые и с истёкшим сроком годности, отдельно по каждому наименованию (реактив Грисса, перманганат, анионит, катионит и др.).

Для передачи специализированной организации каждый из компонентов изделия указанных выше наименований следует накапливать в отдельном хорошо закрывающемся флаконе.

⁴ Приказ Минприроды РФ от 04.12.2014 №536. «Об утверждении критерии отнесения отходов к I–V классам опасности по степени негативного воздействия на окружающую среду».

8 МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

Пластмассовые и стеклянные элементы, отработанные полимерные и прочие принадлежности, пакеты, плёнка и т. п., а также укладка в целом утилизируется как твёрдые бытовые отходы. При этом стеклянные элементы подлежать раздроблению.

При отсутствии необходимых условий для проведения утилизации предприятие должно проводить её с привлечением специализированной организации.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб — важный этап аналитического химического контроля, имеющий свою специфику в отношении точек отбора проб (особенно для теплоэнергетического оборудования), отличающуюся от соответствующих процедур при химическом анализе проб исходной воды, требования к отбору проб которой в целом аналогичны используемым при отборе проб питьевой и природной воды. Соблюдение правил отбора проб воды и пара при организации воднохимического режима (РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91, РД10-165, ОСТ 34-70-953.1 и др.) обеспечивает представительность пробы, сохранение состава исследуемой воды до анализа и гарантирует защиту от случайных загрязнений.

Перед проведением работ по отбору проб воды и пара персонал должен быть проинструктирован о правилах безопасной работы в конкретных условиях с проверкой знаний и допуском к работам.



К отбору проб в тепловых сетях должны привлекаться работники, компетентность которых удостоверена в порядке, действующем на предприятии.

9.1 Подготовка посуды для отбора проб воды

Требования к подготовке ёмкостей для отбора проб должны соответствовать требованиям ГОСТ 31861 и стандартам на метод определения конкретного показателя

Ёмкости для отбора проб должны быть тщательно промыты, чтобы свести к минимуму возможное загрязнение пробы. Тип применяемого для промывки вещества выбирают в зависимости от определяемых показателей и материала ёмкости.

Новую стеклянную посуду ополаскивают раствором моющего средства для удаления пыли и следов упаковочного материала с последующей промывкой дистиллированной или деионизованной водой. Посуду заполняют раствором азотной или соляной кислоты 1 моль/л и выдерживают не менее 1 суток, затем тщательно ополаскивают дистиллированной или деионизованной водой.



Соблюдайте осторожность при работе с растворами кислот.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

При определении фосфатов и кремния для промывки ёмкостей не допускается использовать растворы моющих средств.

Пластмассовые ёмкости ополаскивают разбавленной соляной кислотой, тщательно промывают водопроводной водой, ополаскивают дистиллиированной водой и высушивают.

9.2 Применение устройств для отбора проб воды и пара

При аналитическом химическом контроле анализу подвергаются пробы воды и пара, получаемого из различного оборудования. Анализируемые среды (потоки), точки отбора проб и основные типы оборудования (сети) при водо-химическом контроле теплоэнергетического оборудования приведены в табл. 8.

Метод отбора проб выбирают в зависимости от типа воды, её напора, потока, температуры, глубины пробоотбора, цели исследований и перечня определяемых показателей с таким расчётом, чтобы исключить (свести к минимуму) возможные изменения определяемого показателя в процессе отбора.

Отбор проб воды и пара осуществляется при использовании специального оборудования — пробоотборных устройств разных типов, установленных стационарно на котлоагрегатах и других элементах тепловых сетей (табл. 8). Персоналом должны соблюдаться правила безопасности при отборе проб.



Соблюдение правил работы при отборе проб воды и пара является обязательным.

Устройства для отбора проб должны соответствовать требованиям РД 24.031.121 и других действующих отраслевых документов.

Перед отбором пробы пробоотборную линию следует продуть с максимально возможной интенсивностью. По окончании продувки следует установить расход анализируемой воды до 25 кг/ч (в расчёте на отбор перегретого пара) и её температуру — 25–40 °C. Отбор проб следует производить не ранее чем через 3 ч после продувки линии.

Таблица 8

Анализируемые среды (потоки), точки отбора проб и основные типы оборудования (сети) при аналитическом химическом контроле⁵

Анализируемая среда (поток), точка отбора пробы	Тип оборудования (сети)				
	Паровые газотруб- ные котлы	Паровые и энерго- технологические котлы и котлы-uti- лизаторы (р.д. до 50 кгс/см ²)	Водогрейные котлы	Прямоточные котлы	Воды производ- ственные тепло- вых электростан- ций
Вода после деаэратора		●			
Вода после подпиточного насоса		●			
Известково-коагулированная вода				●	
Исходная вода	●		●		●
Коагулированная вода					●
Конденсат возвратный				●	●
Конденсат пара	●	●			●
Конденсат турбинный				●	●
Котловая вода	●	●			●
Обессоленная вода					●
Осветлённая вода	●		●		
Охлаждающая вода					●
Очищенная вода					●
Питательная вода	●	●		●	
Питательная вода и её составляющие (конденсаты, обессоленная, натрий- cationированная)					●
Подпиточная вода	●				
Сетевая вода	●				●
Сетевая вода перед котлом			●		
Сетевая вода после сетевого насоса			●		
Теплофикационная вода					●
Умягчённая вода					●
Химически обработанная вода			●		
Химически очищенная вода	●	●			
Циркулирующие воды в системах охлаждения					●

⁵ Приведены на примере котельного оборудования.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Таблица 9

Характеристика и место установки пробоотборного устройства⁶

Наименование элемента	Характеристика, условное обозначение по стандарту	Место установки
Пробоотборный зонд для отбора сетевой воды	Зонд трубчатый 1.0 ОСТ 108.030.04-80	Трубопровод сетевой воды на входе в котёл и после сетевого насоса
Пробоотборный зонд для отбора деаэрированной воды	Зонд трубчатый 1.0 ОСТ 108.030.04-80	Трубопровод подпиточной воды на выходе из деаэратора*
То же для подпиточной воды	Зонд трубчатый 1.0 ОСТ 108.030.04-80	Трубопровод на напоре подпиточных насосов
Холодильник	Холодильник змеевиковый на две точки отбора, 14.0 ОСТ 108.030.04-80, 15.0 ОСТ 108.030.04-80	В районе водного щита
Водный щит	Щит водный 16.0 ОСТ 108.030.04-80	По проекту

* В установках с вакуумным деаэратором пробоотборное устройство устанавливается в ближайшей к деаэратору точке тракта с избыточным давлением.

9.3 Отбор и хранение проб

При отборе проб воды на оборудовании производственной/котловой схемы необходимо соблюдать следующие условия:

- скорость среды во входном отверстии пробоотборного зонда должна быть равна скорости среды в трубопроводе, из которого отбирается проба;
- пробоотборная трасса должна быть наиболее короткой для уменьшения запаздывания пробы;
- линия отбора пробы должна быть из коррозионностойкой стали;
- в месте отбора должна быть достаточная турбулизация потока;
- отбор пробы производят из вертикального нисходящего участка трубопровода.

При отборе проб для определения нелетучих растворимых веществ через пробоотборное устройство должна быть пропущена исследуемая вода, если

⁶ Данные табл. 9 приведены на примере оборудования типа стационарных прямоточных водогрейных котлов производительностью 2,3–209 МВт с температурой сетевой воды на выходе из котла не более 200 °С (РД 24.031.120-91).

непосредственно перед этим из него пробы не отбирались, либо произведена продувка устройства. Продувать всю пробоотборную трассу следует в течение 15–20 мин, после чего устанавливают скорость истечения жидкости, обеспечивающую запаздывание пробы не более чем на 10 мин.



Недопустимо во время отбора проб менять установленную скорость истечения, прикасаться к запорным вентилям, допускать толчки и удары по пробоотборной трассе.

Особенности при отборе проб для анализа конкретных показателей приведены в описании соответствующей методики определения.

При отборе и переноске (транспортировке) пробы создают условия, исключающие возможность её загрязнения.

Пробы питательной воды и конденсата пара отбираются в инертные полимерные (полиэтиленовые, фторопластовые) сосуды.

При отборе пробы для определения кислорода необходимо обеспечить её защиту от контакта с воздухом.

Перед анализом отбираемая пробы должна быть охлаждена до температуры, не превышающей 40 °С.

При хранении отобранные пробы должны быть закрытыми и не должны находиться вблизи нагревательных приборов

Сроки, в течение которых отобранные пробы должны быть проанализированы, определяются требованиями эксплуатации оборудования и возможностями сохранения проб. В общем случае хранение отобранных проб можно осуществлять с учётом необходимости консервации проб (соответствующие правила приведены в ГОСТ 31861 и руководстве⁷, что применимо для анализа многих показателей при водоподготовке. Вместе с тем при эксплуатации котельного оборудования в нормативных документах возможность консервации проб воды в производственных условиях не предусмотрена ввиду возможности изменения определяемого показателя в процессе отбора.



Анализы по определению летучих веществ (аммиака, кислорода) и веществ, находящихся одновременно в растворённом состоянии и в форме суспендированных частиц (железо, кремневая кислота), следует выполнять сразу же после отбора проб. В других случаях пробы сред (потоков) должны быть проанализированы в течение не более 3 ч, если иное не указано в методике определения.

⁷ См. Руководство по анализу. Питьевая и природная вода, почвенные вытяжки. СПб., 2021. С. 90–100.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

За каждой пробой следует закрепить отдельный сосуд и нанести на него метки с целевым обозначением. Объём отбираемой пробы должен быть достаточным для выполнения анализа данного вида, а количество проб — таким, чтобы при необходимости анализ можно было повторить.

Большинство из приведённых в настоящем руководстве технологий анализа ЗАО «Крисмас+» и соответствующие методики реализуемы во внелабораторных производственных условиях и позволяют успешно выполнять анализ непосредственно на месте отбора пробы. Такие технологии анализа в числе других преимуществ, не требуют консервации проб.

При доставке отобранных проб на место выполнения анализа рекомендуется пользоваться специальным набором для отбора и переноски проб производства ЗАО «Крисмас+», включающим ящик с отделениями для сосудов с пробами (приложение 2). Число гнёзд (отделений) в наборе может изменяться в зависимости от плана контроля и количества единовременно отбираемых проб.

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА



При эксплуатации лаборатории ВХЭЛ оператору рекомендуется предварительно ознакомиться с правилами водно-химического анализа, описанного в издании:

Руководство по аналитическому химическому контролю при водоподготовке и эксплуатации котельного оборудования («Крисмас+», 2023).

ВНИМАНИЕ! Перед проведением анализа следует внимательно изучить изложенные в настоящем руководстве правила техники безопасности, общие правила и методы работы по аналитическому химическому контролю с применением портативного оборудования. В необходимых случаях следует организовать обучение персонала приёмам работы с лабораторией.



При подготовке к работе и при выполнении определений настоятельно рекомендуется применять имеющиеся в составе экспресс-лаборатории защитные очки и перчатки, а работу с реагентами, растворами и пробами осуществлять на подносах либо на поверхностях, имеющих защитное покрытие.

В приводимых ниже методиках определений используются растворы, реагенты, посуда, оборудование и приспособления из состава портативного оборудования, за исключением случаев, специально оговорённых в тексте при описании соответствующих определений.

10.1 Аммиак

Определение аммиака имеет большое значение при водоподготовке и обеспечении надлежащего водно-химического режима котельного оборудования ввиду широкого использования коррекционных технологий. Коррекционная обработка, наряду с очисткой добавочной воды, конденсата, термической дезаэрацией, консервацией оборудования при остановах в резерв и ремонт и т. п. обеспечивает предотвращение накипеобразования и коррозии основного и вспомогательного оборудования.

Коррекционные технологии состоят во введении растворов химических веществ, в том числе аммиака, в различное оборудование. Снижение скорости коррозии при введении в воду и пар аммиака (обычно в виде водного раствора), являющегося щелочным агентом, обеспечивается регулированием значения показателей pH среды. Аммиак может вводиться в питательную, обессоленную, умягчённую, химически очищенную воду, а также в пар, подаваемый на производство.

Режим коррекционной обработки должен обеспечить содержание аммиака в пароводяном тракте (в пересчете на NH_4^+) не более 1000 мкг/кг. Реально необходимое количество вводимого аммиака, необходимое для поддержания заданной его концентрации в питательной воде, зависит от ряда факторов, поэтому его концентрация должна определяться методом последовательного подбора, по данным химических анализов.

10.1.1 Определение аммиака в производственных водах

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Определение аммиака в производственных водах (в том числе котельных) выполняется различными методами (титриметрическими, визуально-колориметрическим) в зависимости от вида анализируемой пробы (РД 24.032.01-91, РД 34.37.523.12).

Методом прямого титрования определяется аммиак, присутствующий в **конденсате насыщенного пара** в виде свободного основания или его карбонатной соли. Определение основано на реакции нейтрализации и проводится путём титрования пробы раствором соляной кислоты в присутствии смешанного индикатора.

Диапазон определяемых значений содержания аммиака в конденсате насыщенного пара — 0,5–3,0 мг/л (мг/кг).

Объём пробы для анализа составляет 100 мл, продолжительность выполнения определения — не более 15 мин.

Методом титрования с упариванием пробы определяется аммиак в питательной воде. Определение основано на расчёте разности потребления кислоты на титрование пробы до и после её четырёхкратного упаривания, при котором происходит удаление из пробы свободного и связанного аммиака.

Диапазон определяемых значений содержания аммиака в питательной воде — от 0,2 до 2,5 мг/кг (мг/л).

Объём пробы для анализа составляет 100 мл, продолжительность выполнения определения — не более 15 мин.

Визуально-колориметрическим методом определяется аммиак в форме аммонийных соединений вне зависимости от вида анализируемой пробы. Определение основано на реакции взаимодействия аммонийных солей со щелочным раствором йодистой ртути (реактивом Несслера) с образованием окрашенного в жёлтый цвет соединения йодистого меркураммония. Мешающее влияние железа устраняют добавлением к пробе раствора сегнетовой соли.

Концентрацию аммиака определяют, сравнивая визуально окраску анализируемого раствора со шкалой растворов-имитаторов или с контрольной плёночной шкалой образцов окраски.

Диапазон определяемых значений массовой концентрации аммиака визуально-колориметрическим методом:

— от 0,5 до 3,0 мг/кг (мг/л) — в случае использования шкалы растворов-имитаторов;

— от 1,0 до 3,0 мг/кг (мг/л) — в случае использования плёночной шкалы.

Объём пробы для анализа составляет не более 10 мл, продолжительность выполнения определения — не более 15 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение аммиака каждым методом выполняется с использованием оборудования из состава большой настольной укладки ВХЭЛ-3, тест-комплекта «Аммиак КВ».

Посуда, принадлежности: пипетки градуированные на 1, 2 и 10 мл; пипетки полимерные; колба коническая для титрования вместимостью 250 мл с меткой «100 мл»; колбы мерные вместимостью 100 и 1000 мл; пробирки колориметрические с меткой «10 мл»; стакан ТС вместимостью 150 мл с метками «25 мл» и «100 мл»; стойка-штатив; шприц-дозатор для титрования; трубка-сифон.

Реагенты, растворы, материалы: СО водного раствора ионов аммония с концентрацией 1 г/л; реактив Несслера; раствор сегнетовой соли 10%; раствор смешанного индикатора; раствор соляной кислоты 0,1 моль/л; соляная кислота — стандарт-титр (0,1 моль/л); Н-катионированная вода или конденсат, свободный от аммиака.

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Контрольная цветовая шкала (плёночная) образцов окраски проб для визуального колориметрирования «Аммиак КВ» (0; 1,0; 2,0; 3,0 мг/кг).

Примечание. Колба мерная на 1000 мл для приготовления раствора соляной кислоты 0,1 моль/л в состав изделия не входит.

ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб воды и пара должен проводиться в соответствии с п. 7 настоящего руководства.

Для отбора проб используются бутыли из полимерного материала или стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора пробы. При колориметрическом определении с реагентом Несслера допускается хранение проб в течение не более 2 суток при подкислении до pH менее 2 (1 мл концентрированной серной кислоты на 1 л воды) и хранении в холодильнике (2–5 °C).

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

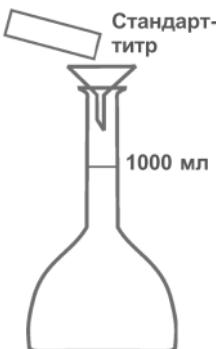
Все растворы для определения аммиака данным методом следует приготавливать с использованием очищенной (безаммиачной, обессоленной) воды, применение которой не приводит к холостому окрашиванию пробы.

Обессоленную воду проверяют на содержание аммиака. Для этого к 5 мл воды добавляют 0,1 мл реагента Несслера, появившееся жёлтое окрашивание свидетельствует о наличии аммиака. Для удаления аммиака обессоленную воду пропускают через колонку с активированным углем БАУ, катионитом в H⁺-форме или кипятят в колбе до 1/3 первоначального объёма. Безаммиачную обессоленную воду используют для приготовления растворов и разбавления проб.

Рекомендуется использовать воду для лабораторного анализа 2-й степени чистоты, с удельной электрической проводимостью не более 1 мкСм/см по ГОСТ Р 52501-2005 (обессоленную), а также безаммиачную — прошедшую кипячение с упариванием до 1/3 первоначального объёма или пропущенную через катионитную колонку (МУ 08-47/231).

О подготовке посуды и приготовлении очищенной воды для химического анализа см. приложение 3.

Подготовка к анализу состоит в приготовлении израсходованного или потерянного срок годности раствора соляной кислоты 0,01 моль/л (для его приготовления также необходимо приготовить раствор соляной кислоты 0,1 моль/л), а также шкалы растворов-имитаторов для определения аммиака визуально-колориметрическим методом.

Приготовление раствора соляной кислоты 0,1 моль/л

Содержимое ампулы стандарт-титра соляной кислоты 0,1 моль/л перенесите количественно в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доведите объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешайте. Раствор перелейте в освободившийся флакон из-под раствора соляной кислоты 0,1 моль/л. Оставшийся раствор храните в тёмной плотно закрытой склянке. Раствор устойчив при хранении.

Приготовление раствора соляной кислоты 0,01 моль/л

В мерную колбу вместимостью 100 мл внесите градуированной пипеткой 10 мл раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/л и доведите объём до метки дистиллированной водой, перемешайте. Приготовленный раствор соляной кислоты 0,01 моль/л перелейте в соответствующий освободившийся флакон из состава изделия. Срок годности раствора — 3 месяца.

Приготовление шкалы растворов-имитаторов для определения аммиака визуально-колориметрическим методом***Приготовление стандартного раствора с концентрацией 10 мг/кг (мг/л) по аммиаку (NH_3)***

Вскройте ампулу СО (15К-1) с концентрацией ионов аммония 1,0 г/л, отберите чистой, сухой пипеткой из ампулы 0,94 мл стандартного раствора, количественно перенесите в мерную колбу вместимостью 100 мл и доведите до метки конденсатом, свободным от аммиака (или Н-катионированной водой). Стандартный раствор с массовой концентрацией аммиака 10 мг/кг рекомендуется использовать в день приготовления. Шкалу растворов-имитаторов приготовьте в пробирках с меткой «10 мл», согласно алгоритму, приведённому в табл. 10 настоящего руководства.

Таблица 10

Приготовление растворов-имитаторов

Наименование используемого компонента	Количество раствора, мл						
	Номер раствора-имитатора						
	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор с концентрацией 10 мг/кг по NH_3	—	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0
Н-катионированная вода или конденсат, свободный от аммиака	Довести объём каждой пробы до 10,0 мл						
Раствор сегнетовой соли	В каждую пробирку по 0,5 мл						
Реактив Несслера	В каждую пробирку по 2,0 мл						
Содержание NH_3 в пробе 10 мл, мг	0,000	0,005	0,010	0,015	0,020	0,025	0,030
Концентрация NH_3 в пробе, мг/кг	0,0	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0

Шкала растворов-имитаторов устойчива в течение рабочего дня.

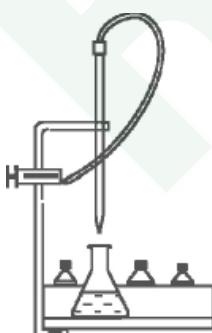
10.1.1.1. Прямое титриметрическое определение аммиака в конденсате насыщенного пара

**1.**

Налейте в коническую колбу для титрования 100 мл конденсата.

2.

Добавьте в пробу 5 капель раствора смешанного индикатора.

**3.**

Постепенно с использованием градуированной пипетки титруйте пробу раствором соляной кислоты концентрации 0,01 моль/л до изменения зелёной окраски на фиолетовую. Определите по шкале пипетки объём соляной кислоты, израсходованный на титрование (V , мл).

4.

Рассчитайте содержание аммиака ($C_{\text{АМК}}$) в мг/кг по формуле (1):

$$C_{\text{АМК}} = \frac{V \times H \times 17 \times 1000}{V_{\text{ПР}}} = \frac{V \times 0,01 \times 17 \times 1000}{100} = V \times 1,7 \quad (1)$$

где V — объём раствора соляной кислоты 0,01 моль/л, израсходованный на титрование, мл;

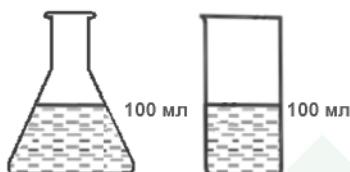
H — концентрация раствора соляной кислоты, 0,01 моль/л;

$V_{\text{ПР}}$ — объём пробы воды, взятой на анализ, 100 мл;

17 — молярная масса аммиака, г/моль;

1000 — коэффициент пересчёта единиц измерения из граммов в миллиграммы.

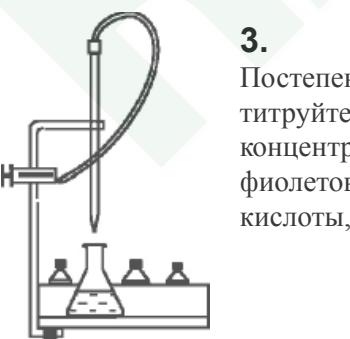
10.1.1.2 Титриметрическое определение аммиака в питательной воде с упариванием пробы

**1.**

Налейте по 100 мл пробы питательной воды в коническую колбу и термостойкий стакан.

**2.**

Добавьте к пробе в коническую колбу 5 капель раствора смешанного индикатора.

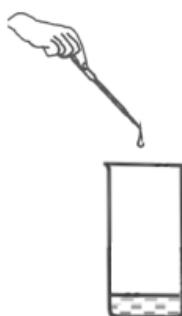
**3.**

Постепенно с использованием градуированной пипетки титруйте содержимое колбы раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/л до изменения зелёной окраски на фиолетовую. Определите по шкале пипетки объём соляной кислоты, израсходованный на титрование (V_1 , мл).



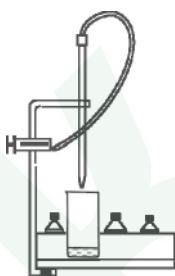
4.

Поставьте стакан на плитку и упарьте пробу до объёма 25 мл.



5.

Охладите раствор в стакане, добавьте 5 капель раствора смешанного индикатора.



6.

Титруйте пробу в стакане с помощью градуированной пипетки раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/л до изменения зелёной окраски на фиолетовую. Определите по шкале пипетки объём соляной кислоты, израсходованный на титрование (V_2 , мл).

7.

Рассчитайте концентрацию аммиака в питательной воде ($C_{\text{АМН}}$) в мг/кг по формуле (2):

$$C_{\text{АМП}} = \frac{(V_1 - V_2) \times H \times 17 \times 1000}{V_{\text{PP}}} = \frac{(V_1 - V_2)_2 \times 0,1 \times 17 \times 1000}{100} = (V_1 - V_2) \times 17, \quad (2)$$

где V_1 — объём раствора соляной кислоты 0,1 моль/л, пошедший на титрование пробы без упаривания, мл;

V_2 — объём раствора соляной кислоты 0,1 моль/л, пошедший на титрование пробы после упаривания, мл;

H — концентрация раствора соляной кислоты, 0,1 моль/л;

V_{PP} — объём пробы воды, взятой на анализ в колбе и в стакане, 100 мл;

17 — молярная масса аммиака, г/моль;

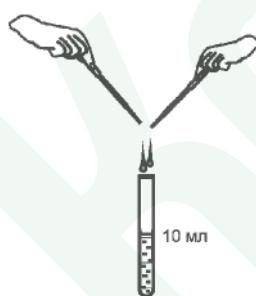
1000 — коэффициент пересчёта единиц измерения из граммов в миллиграммы

10.1.1.3 Визуально-колориметрическое определение аммиака



1.

Налейте в пробирку для колориметрирования пробу анализируемой воды до метки «10 мл».



2.

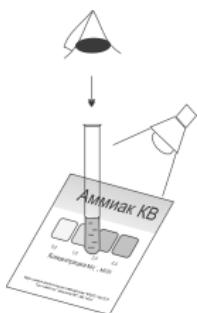
Добавьте в пробирку полимерными пипетками 0,5 мл раствора сегнетовой соли и 2 мл реактива Несслера.



3.

Перемешайте содержимое пробирки и оставьте пробу на 5 мин для завершения реакции.

5 мин



4.

Проведите визуальное колориметрирование пробы. Для этого сравните интенсивность окраски анализируемой пробы с образцами окраски контрольной плёночной шкалы или с окраской шкалы растворов-имитаторов. Окраску рассматривайте на белом фоне, глядя сверху вниз через открытую пробирку при достаточной освещённости. Выберите наиболее близкий по окраске к пробе образец в одной из шкал и соответствующее ему значение концентрации аммиака в мг/л (мг/кг).

Пример. При проведении визуально-колориметрического определения окраска пробы котловой воды после обработки раствором сегнетовой соли и реагентом Несслера соответствует образцу окраски на контрольной плёночной шкале с концентрацией 2,0 мг/л. Концентрацию аммиака в исследуемой воде считаем равной 2 мг/л (мг/кг).

10.2 Водородный показатель (рН)

Активную реакцию воды, выражаемую значением водородного показателя (рН), учитывают при всех видах обработки воды (водоподготовки) и при всех водно-химических режимах эксплуатации котельного оборудования. Считается, что водородный показатель рН является наиболее достоверным показателем коррозионной активности воды. Данный показатель характеризует степень кислотности или щёлочности воды, определяемую концентрацией водородных ионов, и определяется как отрицательный десятичный логарифм концентрации активных ионов водорода:

$$\text{рН} = -\lg[\text{H}^+].$$

Большое значение измерение рН имеет при надлежащем ведении коррекционной обработки воды различными химическими составами. Некорректные измерения рН могут привести к значительным нарушениям характера протекающих при обработке воды процессов, вплоть до прогрессирования активных форм коррозии стенок трубопроводов и котла (щелочная коррозия) и даже катастрофическому разрушению стали (водородная хрупкость).

Активная реакция котловой воды обычно щелочная. Значение рН воды в котле определяется количеством гидроксил-иона (OH^-), которое обеспечивается добавлением щёлочи, либо получается в результате разложения бикарбонатов в работающем котле. В присутствии добавляемых реагентов (фосфатов и др.) создаются условия, при которых величина рН поддерживается на нужном уровне (от 9,2 до 12), тем самым предотвращая разрушение стенок котла.

По этим причинам, поддержание рН в диапазоне значений, требуемых в конкретной технологии водоподготовки или обеспечиваемом водно-химическом режиме котлового оборудования, требует проведения большого количества определений рН разных проб. Предпочтительным является использование анализа разными методами — стандартным индикационным с возможностью получения быстрых приближённых значений, и потенциометрическим методом с применением рН-метра.

10.2.1 Стандартное визуально-колориметрическое (индикационное) определение pH

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Определение водородного показателя воды (pH, отрицательного десятичного логарифма концентрации водородных ионов) проводится методами, основанными на реакции водородных ионов с pH-индикаторами (РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91).

Данным способом определяют значение pH визуально-колориметрическим методом по реакции с универсальным индикатором. Значения pH анализируемой воды определяют по окраске пробы, визуально сравнивая её с окраской образцов на контрольной пленочной шкале. Данный метод является общепринятым и широко распространённым.

Диапазон определяемых значений pH составляет 4,5–11,0 при точности анализа $\pm 0,5$ –1 ед. pH. При необходимости более точного определения используют pH-метр.

Объём пробы для анализа составляет 5 мл, продолжительность выполнения анализа — не более 1 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лабораторий ВХЭЛ, тест-комплекта «pH KB».

Посуда, принадлежности: полимерная пипетка; пробирка колориметрическая с меткой «5 мл».

Реагенты, растворы: раствор универсального индикатора.

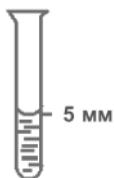
Контрольная шкала образцов окраски растворов для определения pH «Водородный показатель (pH)» (4,5; 5,0; 5,5; 6,0; 6,5; 7,0; 7,5; 8,0; 8,5; 9,0; 10,0; 11,0 ед. pH).

ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

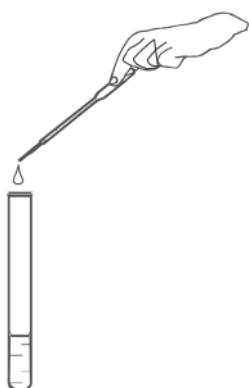
Отбор проб воды и пара должен проводиться в соответствии с п. 7 настоящего руководства.

Для отбора проб используются бутыли из полимерного материала или стекла. Выполнение определений следует проводить как можно скорее и предпочтительнее на месте отбора пробы.

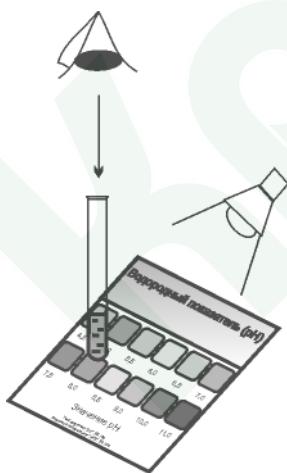
ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

**1.**

Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой. В пробирку налейте до метки «5 мл» анализируемую воду.

**2.**

Добавьте полимерной пипеткой 3–4 капли (около 0,10 мл) раствора универсального индикатора и встряхните пробирку.

**3.**

Проведите визуальное колориметрирование пробы. Для этого пробирку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы. Освещая пробирку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску пробы сверху вниз. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение рН.

Примечание. Для точного определения рН используйте pH-метр (см. п. 10.2.3). Определение проводится в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

10.2.2 Приближённое визуально-колориметрическое определение интервала значений pH

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Данный вариант индикационного метода позволяет быстро получать приближённые значения интервалов, в которых находится значение pH пробы анализируемой воды. Метод позволяет приблизённо определять интервалы значений pH (см. табл. 12), что применяется для оперативной оценки качества подпиточной и сетевой воды (РД 24.031.120-91). При определении используют индикаторы, применяемые для определения общей щёлочности (метиловый оранжевый, смешанный индикатор, фенолфталеин, см. п. 10.21 настоящего руководства), изменяющие окраску в соответствующих диапазонах pH. С помощью данных индикаторов также подтверждается правильность результатов анализа при использовании универсального индикатора, поэтому определение данным методом проводят в дополнение к стандартному методу (п. 10.2.1).

Для быстрой приближённой оценки значения pH анализируемой воды (больше или меньше 11,0) можно использовать уже полученные данные определения общей щёлочности воды $\text{Щ}_{\text{общ}}$ и щёлочности по фенолфталеину Щ_{ϕ} .

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ (секция «Щёлочность общая КВ»), тест-комплекта «pH КВ».

Посуда, принадлежности: полимерная пипетка; пробирка колориметрическая с меткой «5 мл».

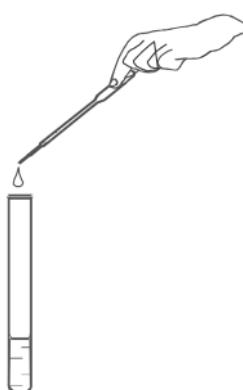
Реагенты, растворы: растворы индикаторов метилового оранжевого, смешанного индикатора, фенолфталеина.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

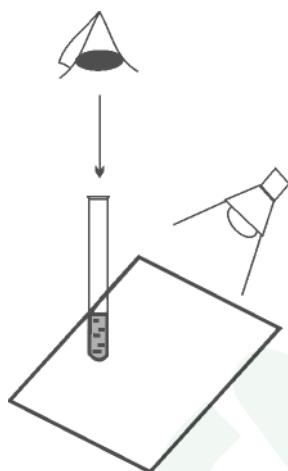


1.

Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой. В пробирку налейте до метки «5 мл» анализируемую воду.

**2.**

Добавьте полимерной пипеткой 3–4 капли (около 0,10 мл) раствора одного из индикаторов (например, фенолфталеина) и встрайхните пробирку.



Выполните визуальное колориметрирование.

Определите возникающую от добавления индикатора окраску пробы на белом фоне.

3.

Операцию по п. 2 выполните с раствором каждого из двух оставшихся индикаторов.

4.

Располагая данными об окраске пробы после добавления раствора каждого из трёх индикаторов (фенолфталеина, смешанного индикатора и метилового оранжевого), определите по табл. 11 интервал значений рН для анализируемой пробы.

Таблица 11

Окраска индикаторов при приближённой оценке рН

Индикатор	Окраска индикатора при рН					
	меньше 4	4–6	6–7	7–8	8,3	больше 9
Фенолфталеин	Бесцветная				Слабо-розовая	Ярко-розовая
Смешанный	Фиолетовая	Грязно-серая	Слабо-зелёная	Ярко-зелёная		
Метиловый оранжевый	Розовая	Оранжевая	Соломенная	Жёлтая		

Примечание. Результат данного определения является приблизительным. Для точного определения рН используйте рН-метр (определение проводится в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору).

5.

Для приближённой оценки значения pH анализируемой воды можно также воспользоваться данными определения общей щёлочности воды $Ш_{общ}$ и щёлочности по фенолфталеину $Ш_\phi$ (определение согласно п. 10.21). При значении $Ш_\phi < 0,5 Ш_{общ}$ считается, что $pH < 11,0$; при $Ш_\phi > 0,5 Ш_{общ}$ считается что $pH > 11,0$.

10.2.3 Потенциометрическое определение pH с применением стандартного pH-метра

Для точного определения pH в лабораториях первой категории предусматривается выполнение измерения pH пробы с применением стандартного pH-метра (РД 24.032.01-91).



Измерение выполняется по методике, указанной в сопроводительной документации на pH-метр, с характеристиками согласно паспортным техническим данным на прибор.

Основным рекомендуемым прибором в составе портативных лабораторий моделей ВХЭЛ является pH-метр-милливольтметр модели pH-410.

Технические данные на прибор pH-410, порядок применения и обслуживания прибора — в соответствии с инструкцией предприятия-изготовителя.

10.3 Железо общее

Железо образует два типа растворимых солей, образующих ионы Fe^{2+} и Fe^{3+} , однако в растворе железо может находиться и в других формах: в виде истинных растворов (аквакомплексов), коллоидных растворов и др. В нерастворимой форме железо может находиться в виде минеральных частиц различного состава: суспензий (взвешенных в воде твёрдых частиц), осадков и отложений.

Важными факторами, влияющими на превращение растворённого в воде железа в нерастворимые формы, являются кислотность среды, концентрация растворённого кислорода, температура и давление, солевой состав и др. Особое значение характер этих превращений приобретает в производственных водах, где нерастворимое железо может создавать осадки и отложения на оборудовании. Представляя основной конструкционный материал для оборудования водоподготовки и котельных установок, железо в рабочих условиях способно окисляться, что приводит к протеканию коррозионных процессов.

Для предотвращения губительной для оборудования коррозии проводят реагентную коррекционную обработку котловой воды. Надлежащее ведение водно-химического режима теплоэнергетического оборудования обязательно включает анализ воды на содержание железа при водоподготовке и эксплуатации оборудования.

10.3.1 Визуально-колориметрическое определение железа общего в производственных водах сульфосалициловым методом

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Сульфосалициловым методом определяют железо общее в пробах производственных (котельных) водах. Метод является колориметрическим и предусмотрен рядом отраслевых документов (ОСТ 34-70-953.4, МУ 08-47/180, РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91). Определение основано на образовании в слабощелочной среде окрашенного в жёлто-оранжевый цвет комплексного соединения железа (III) с сульфосалициловой кислотой. Присутствующее в воде железо (II) предварительно окисляют до железа (III) персульфатом натрия, таким образом определяют суммарную концентрацию железа в растворённом состоянии (железо общее) по концентрации железа (III).

Для перевода соединений железа в растворённое состояние пробу вне зависимости от предполагаемого содержания железа и его форм предварительно подкисляют и упаривают в 10 раз.

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Окрашенная проба колориметрируется визуально. При визуальном колориметрировании суммарную концентрацию ионов железа в воде определяют методом сравнения интенсивности окраски пробы с контрольной плёночной шкалой образцов окраски или с окраской шкалы растворов-имитаторов.

Диапазон определяемых концентраций железа в анализируемой воде при визуальном колориметрировании: при использовании шкалы растворов-имитаторов — от 100 до 4000 мкг/кг; при использовании плёночной шкалы — от 200 до 4000 мкг/кг

Объём пробы для анализа составляет 10 мл, продолжительность выполнения анализа — не более 25 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ, тест-комплекта «Железо КВ».

Посуда, принадлежности: колба мерная вместимостью 100 мл; стакан ТХС с метками «5», «25», «50»; пипетки полимерные; пробирки колориметрические с меткой «10 мл»; палочка стеклянная; пипетки градуированные вместимостью 1,0 и 5,0 мл; шприц-дозатор на 10 мл; штатив для пробирок; флакон для хранения раствора персульфата натрия 10%.

Реагенты, растворы, материалы: СО водного раствора ионов железа (III) (1 г/л); персульфат натрия (навеска 5,0 г); раствор аммиака 10%; раствор сульфосалициловой кислоты 30%; раствор серной кислоты 25%.

Контрольная цветовая шкала плёночная образцов окраски проб для визуального колориметрирования «Железо общее КВ» (0; 200; 500; 2000; 4000 мкг/кг).

ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб воды и пара должен быть организован в соответствии с п. 9 настоящего руководства. Пробу отбирают в коническую колбу, предварительно обработанную длительным (не менее 0,5–1 ч) кипячением с концентрированной соляной кислотой. За каждой пробой следует закрепить отдельный сосуд и нанести на него метки с целевым обозначением.

Примечание. Концентрированная соляная кислота для обработки конической колбы перед отбором пробы в состав изделия не входит.

До отбора пробы в колбу вводят 2 мл 25% серной кислоты на каждые 100 мл пробы.



Соблюдайте осторожность
при работе с концентрированными
кислотами и их растворами.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к определению железа общим методом состоит в приготовлении имеющего ограниченный срок годности раствора персульфата натрия, а также шкалы растворов-имитаторов (выполняется при визуально-кодориметрическом определении с использованием шкалы растворов-имитаторов). При подготовке к анализу проводят также подготовку пробы.

Все растворы для определения железа данным методом следует приготавливать с использованием очищенной воды, применение которой не приводит к холостому окрашиванию пробы. Рекомендуется использование очищенной (обессоленной) воды для лабораторного анализа 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005, имеющей значение удельной электрической проводимости не более 1 мкСм/см.

О подготовке посуды и приготовлении очищенной воды для химического анализа см. п. 6.2.

Приготовление раствора персульфата натрия 10%

Навеску персульфата натрия (5,0 г) из флакона количественно перенесите в химический стакан, добавьте очищенную воду до метки «50 мл» и перемешайте стеклянной палочкой до полного растворения реактива. Раствор храните в плотно закрытом тёмном флаконе с соответствующей этикеткой из состава изделия. Срок годности раствора — 2 месяца. При необходимости пригответе свежий раствор, используя реактив из состава изделия.

Приготовление шкалы растворов-имитаторов

Пригответе стандартный раствор с концентрацией ионов железа (III) 10 мг/кг. Для этого вскройте ампулу СО (5К-1) с концентрацией ионов железа (III) 1,0 г/л. Отберите чистой сухой пипеткой из ампулы 1,0 мл стандартного раствора, количественно перенесите в мерную колбу вместимостью 100 мл и доведите до метки очищенной водой, перемешайте. Стандартный раствор рекомендуется использовать в день приготовления.

Далее пригответе шкалу растворов-имитаторов в пробирках с меткой «10 мл» согласно алгоритму, приведённому в табл. 12.

Таблица 12

Приготовление шкалы растворов-имитаторов

Наименование используемого раствора (компоненты)	Количество раствора, мл						
	Номер раствора-имитатора						
	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор с концентрацией ионов железа (III) 10 мг/кг	—	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0	4,0
Очищенная вода	Довести объём каждой пробы до метки «10 мл»						
Раствор сульфосалициловой кислоты 30%	В каждую пробирку по 1,0 мл						
Раствор аммиака 10%	В каждую пробирку по 2,0 мл						
Концентрация ионов железа (III) в растворе-имитаторе, мкг/кг	0	100	200	500	1000	2000	4000

Шкала растворов-имитаторов устойчива в течение рабочего дня.

ПОДГОТОВКА ПРОБЫ ДЛЯ АНАЛИЗА



1.

Поместите в химический стакан, предварительно обработанный соляной кислотой, 50 мл анализируемой воды из колбы для отбора проб. Добавьте полимерной пипеткой 1 мл раствора персульфата натрия 10% и упарьте примерно в 10 раз (до метки «5 мл»).

2.

Доведите объём пробы очищенной водой до 25 мл. Коэффициент концентрирования пробы при этом равен 2.

При ожидаемой концентрации ионов железа в анализируемой воде более 2000 мкг/кг объём пробы после упаривания доведите очищенной водой до первоначального (50 мл). Коэффициент концентрирования пробы в этом случае равен 1.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



10 МП

1.

Налейте в пробирку до метки «10 мл» подготовленную пробу воды, предварительно ополоснув пробирку 2–3 раза той же водой.



2.

В пробирку введите полимерными пипетками 1 мл раствора сульфосалициловой кислоты 30% и 2 мл раствора аммиака 10%. Закройте пробирку пробкой и перемешайте.



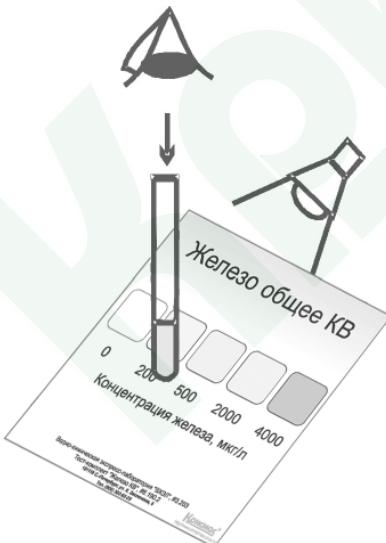
Соблюдайте осторожность при работе с раствором аммиака.



10 мин

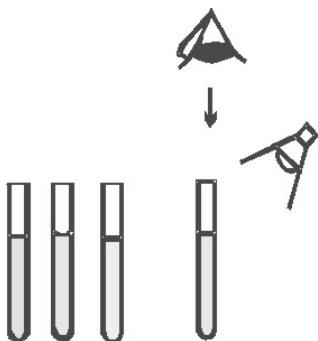
3.

Оставьте пробирку на 10 мин. для полного протекания реакции.



4.

Проведите визуальное колориметрирование пробы на белом фоне при достаточной освещённости. Для этого сравните интенсивность окраски анализируемой воды с образцами окраски контрольной плёночной шкалы или шкалы растворов-имитаторов.



Окраску раствора рассматривайте сверху вниз через открытую пробирку. Выберите наиболее близкий по окраске образец контрольной плёночной шкалы или шкалы растворов-имитаторов и соответствующее ему значение концентрации железа общего ($C_{ш}$ мкг/кг).

5.

Рассчитайте концентрацию железа общего в анализируемой воде ($C_{ж}$) по формуле (3):

$$C_{ж} = \frac{1}{n} \times C_{ш}, \quad (3)$$

где n — коэффициент концентрирования пробы;

$C_{ш}$ — значение концентрации железа общего, соответствующее выбранному образцу окраски контрольной плёночной шкалы или шкалы растворов-имитаторов.

Пример. При анализе 50 мл пробы воды установлено, что окраска пробы анализируемой воды после упаривания с персульфатом натрия и дальнейшей обработки растворами сульфосалициловой кислоты и аммиака близка к окраске образца шкалы растворов-имитаторов с концентрацией 100 мкг/кг железа общего. Коэффициент концентрирования пробы равен 2.

$$C_{ж} = \frac{1}{2} \times 100 = 50 \text{ мкг/кг.}$$

Следовательно, содержание железа общего в анализируемой воде составляет 50 мкг/кг.

10.4 Жёсткость общая

Общая жёсткость воды считается как суммарная концентрация растворённых солей кальция Ca^{2+} и магния Mg^{2+} . Источником попадания в природные воды солей общей жёсткости являются соответствующие почвообразующие породы — известняки, гипс, доломиты и т. п. Концентрации солей жёсткости обязательно контролируются во всех отраслях промышленности и теплоэнергетики, так как обусловливают многочисленные негативные последствия в работе оборудования вплоть до выхода из строя. Это касается отложений и осадков на оборудовании, накипи, которые ухудшают теплопередачу, способствуют коррозии металлических стенок оборудования, нарушают процессы водоподготовки и эксплуатации оборудования. Наибольшую опасность для оборудования представляют карбонаты, силикаты, сульфаты кальция и магния. Соли общей жёсткости подлежат обязательному аналитическому контролю, причём составляющие их главные катионы и анионы химически связаны с другими растворимыми солями жёсткости (солями калия и натрия) и могут быть определены расчётными (расчётно-графическими) методами. Такими связанными показателями являются: жёсткость — кальциевая, карбонатная, условная сульфатно-кальциевая; щёлочность — общая, карбонатная и др. (см. табл. 2). Соответствующие показатели также подлежат обязательному контролю в различных схемах водоподготовки.

Избыточная жёсткость воды — одна из самых серьёзных угроз для котельного оборудования, насосов и водопроводов.

На жёсткость для котельного оборудования проверяются все категории воды — питательную, подпиточную, котловую. Но в первую очередь водоподготовка производится для сырой воды, которая затем направляется на разные нужды котельного хозяйства.

Если общая жёсткость воды и щёлочность выходят за пределы нормы, то оборудование находится под угрозой образования накипи и ускорения коррозионных процессов. Это приводит к закупорке трубопроводов, выходу из строя клапанов, снижению теплоотдачи из-за образовавшихся на стенах котлов и труб осадков, перегрузке насосов и др.

В присутствии в воде оксида кремния возможно образование жёсткой накипи, которая вступает в реакцию с солями кальция и магния, образуя силикаты, твёрдые отложения которых значительно ухудшают теплопередачу и приводят к локальному перегреву котельных труб.

При питании производственного оборудования жёсткой водой на стенах барабанов, коллекторов и труб откладывается накипь, составные соединения которой крепко соединяются с поверхностью металла. Накипь и шлам имеют низкую теплопроводность, в результате чего ухудшается теплопередача через

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

загрязнённые стенки. Это может вызывать следующие отрицательные явления: местный перегрев стенок котла (как следствие, образуются выпучины и свищи); увеличение и ускорение процессов коррозии; разрывы жаровых, кипятильных, экранных и дымогарных труб и взрывы котлов; перерасход топлива; снижение тепло- и паропроизводительности котлов.

10.4.1 Титриметрическое определение общей жёсткости производственных вод

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Аналитический химический контроль общей жёсткости как суммарной массовой концентрации эквивалентов катионов кальция и магния проводят стандартизованным методом комплексонометрического титрования, основанном на реакции образования в щелочной среде ($\text{pH} = 9$) в присутствии индикаторов окрашенных внутрикомплексных соединений катионов кальция и магния с трилоном Б (двунатриевой солью этилендиаминетрауксусной кислоты). Конечная точка титрования определяется по изменению окраски индикатора хромового тёмно-синего из розово-красной в фиолетово-голубую.

Индикатор кислотный хромовый тёмно-синий образует с катионами солей жёсткости непрочные окрашенные соединения красного цвета. При добавлении в воду с подобными окрашенными соединениями раствора трилона Б в точке эквивалентности происходит их полное разрушение, при этом раствор становится синим.

В присутствии ионов цинка или меди (неотчёгливый переход окраски) определение жёсткости проводят с добавлением раствора натрия сернистого (сульфида натрия), связывающего эти катионы в нерастворимые сульфидные соединения.

Влияние ионов марганца, приводящее к быстрому обесцвечиванию окраски, устраняют добавлением к пробе раствора солянокислого гидроксиамина.

Данный метод предусмотрен РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91 и РД 34.37.523.8-88.

В зависимости от предполагаемого интервала значения жёсткости, определение выполняется двумя вариантами метода.

Титриметрическое определение общей жёсткости при значениях более 0,1 °Ж. Данным вариантом метода определяется жёсткость природной, известковой и коагулированной воды. При титровании используется в качестве индикатора раствор хромового тёмно-синего и в качестве титранта — раствор трилона Б в концентрации 0,05 моль/л экв.

Титриметрическое определение общей жёсткости при значениях 0,02–0,1 °Ж. Данным методом определяется жёсткость любых вод. При титровании исполь-

зуется раствор индикатора хромового тёмно-синего, в качестве титранта используется раствор трилона Б с концентрацией 0,005 моль/л экв.

Таким образом, использование этих двух вариантов стандартного метода позволяет определять общую жёсткость воды в широком концентрационном диапазоне, что делает данную технологию анализа применимой в технологиях водоподготовки и эксплуатации котлового оборудования.

Особенности выполнения анализа вод со значением жёсткости менее 0,1 °Ж (МУ 08-47/227).

При жёсткости пробы менее 0,1°Ж необходимо рассчитывать значение жёсткости пробы с учётом холостого опыта ($\bar{J}_{\text{общ}} - \bar{J}_{\text{хол}}$). При этом учитывается величина жёсткости в обессоленной воде и пригодность буферного раствора при выполнении холостого опыта. Для оценки пригодности буферного раствора в двух колбах готовят растворы, содержащие по 100 мл обессоленной воды и различные объёмы буферного раствора (5 и 10 мл), добавляют 5–7 капель индикатора и титруют раствором трилона Б 0,005 моль/л экв. из микробюrette. По окончании титрования по бюrette отсчитывают объём раствора, пошедший на титрование. Возрастание расхода трилона Б с увеличением буферного раствора свидетельствует о наличии солей жёсткости в буферном растворе. В этом случае следует приготовить новый буферный раствор из более чистых реагентов. Загрязнение буферных растворов можно устраниТЬ, пропуская их через катионитные колонки (фильтры), заряженные одноимённым ионом (РД 24.032.01-91). Проверку следует проводить также при смене реагентов или обессоленной воды.

Для того чтобы получить значение жёсткости в холостой пробе, проводят титрование двух-трёх холостых проб, содержащих по 250 мл обессоленной воды и по 5 мл буферного раствора. По окончании титрования отсчитывают объём раствора, пошедший на титрование. Вычисляют среднее арифметическое значение объёма, если отклонение результата каждого из параллельных определений от среднего результата составляет не более 1,5%. В противном случае титрование повторяют.

Объём пробы для анализа составляет 100 мл, продолжительность выполнения анализа — не более 15 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава ВХЭЛ, тест-комплекта «Общая жёсткость КВ».

Посуда, принадлежности: градуированные пипетки для титрования вместимостью 2 и 10 мл; колба коническая для титрования на 250 мл; колба мерная

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

вместимостью 100 и 2000 мл; пипетки полимерные; соединительная трубка (сифон); стойка-штатив; шприцы-дозаторы вместимостью 2 и 10 мл.

Примечание. Колба мерная вместимостью 2000 мл в состав изделия не входит.

Реагенты, растворы, материалы: раствор трилона Б 0,05 моль/л экв.; раствор трилона Б 0,005 моль/л экв.; раствор буферный аммиачный; раствор индикатора хромового тёмно-синего; натрий сернистый (навеска 2,0 г); раствор солянокислого гидроксиламина 2%; СО «Общая жёсткость воды» со значением 100,0 °Ж; стандарт-титр трилона Б 0,1 моль/л экв.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к проведению анализа заключается в приготовлении расходуемых растворов из реагентов и растворов, входящих в состав изделия, — раствора натрия сернистого 10%, а также растворов трилона Б 0,05 моль/л экв. и 0,005 моль/л экв.

Все растворы для определения общей жёсткости со значением жёсткости менее 0,1 °Ж следует приготавливать с использованием очищенной (обессоленной) воды, применение которой не приводит к холостому окрашиванию самой воды или растворов на её основе (см. «Особенности выполнения анализа вод со значением жёсткости менее 0,1 °Ж»). Рекомендуется использование очищенной (обессоленной) воды для лабораторного анализа 1-й или 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005, имеющей значение удельной электрической проводимости не более 1 мкСм/см.

О подготовке посуды и приготовлении очищенной воды для химического анализа см. п. 6.2 и приложение 3.

Приготовление раствора натрия сернистого 10%

Во флакон с навеской натрия сернистого (2,0 г) прибавьте 18 мл очищенной воды и перемешайте содержимое до полного растворения реактива.

Приготовленный раствор храните в полиэтиленовом флаконе.

Срок годности раствора натрия сернистого 10% — 2 недели.

Приготовление раствора трилона Б 0,005 моль/л экв.

Приготовление данного раствора включает предварительное приготовление раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/л и его последующее разбавление в 10 раз.

Приготовление раствора трилона Б 0,05 моль/л экв. При израсходовании имеющегося в составе изделия раствора трилона Б 0,05 моль/л экв. или по истечении его срока годности потребитель готовит новый раствор из имеющегося в составе изделия стандарт-титра трилона Б 0,1 моль/л экв.

Для приготовления раствора трилона Б 0,05 моль/л экв. содержимое флакона стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу вместимостью 2 л и растворите в дистиллированной воде. После полного растворения содержимого флакона объём жидкости в колбе доведите до метки и тщательно перемешайте раствор.

Раствор трилона Б 0,05 моль/л экв. перелейте в освободившийся флакон из-под того же раствора, остаток приготовленного раствора храните в герметично закрытом флаконе из полимерного материала. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке.

Срок годности раствора трилона Б 0,05 моль/л экв. — 12 месяцев.

Приготовление раствора трилона Б 0,005 моль/л экв. 10 мл раствора трилона Б 0,05 моль/л экв. поместите в мерную колбу вместимостью 100 мл, доведите очищенной водой до метки и перемешайте раствор. Приготовленный раствор трилона Б 0,005 моль/л экв. перелейте в соответствующий освободившийся флакон из состава ВХЭЛ.

Срок годности раствора трилона Б 0,005 моль/л экв. — 3 месяца.

ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб воды и пара должен проводиться в соответствии с п. 9 настоящего руководства.

Пробы анализируемой воды следует отбирать в стеклянные бутыли с пробками.

10.4.1.1 Титриметрическое определение общей жёсткости при значениях более 0,1 °Ж

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

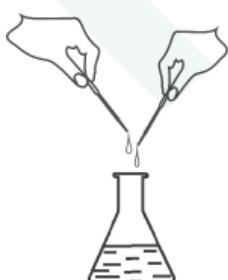
1.

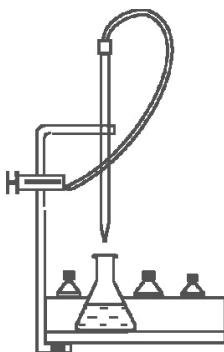
Налейте анализируемую воду в коническую колбу вместимостью 250 мл до метки «100 мл».



2.

Добавьте полимерными пипетками 2,5 мл аммиачного буферного раствора, 7 капель раствора индикатора кислотного хромового тёмно-синего, перемешайте.





3.

Титруйте пробу с помощью градуированной пипетки вместимостью 10 мл раствором трилона Б 0,05 моль/л экв. до отчётливого изменения окраски раствора с розовой на синюю.

Примечание. При нечётком переходе окраски или обесцвечивании пробы повторите определение с добавлением к пробе 0,5 мл раствора сернистого натрия для устранения мешающего действия ионов меди и цинка либо трёх капель раствора солянокислого гидроксиламина для устранения мешающего действия соединений марганца.

4.

Рассчитайте значение общей жёсткости ($\mathcal{K}_{\text{общ}}$) в °Ж (ммоль/кг экв.) по формуле (4):

$$\mathcal{K}_{\text{общ}} = \frac{V_{TP} \times H \times 1000}{V_{PP}} = \frac{V_{TP} \times 0,05 \times 1000}{100} = V_{TP} \times 0,5 \quad (4)$$

где V_{TP} — объём раствора трилона Б 0,05 моль/л экв., израсходованный на титрование пробы, мл;

H — концентрация раствора трилона Б, 0,05 моль/л экв.;

V_{PP} — объём пробы воды, взятой на анализ, 100 мл;

1000 — коэффициент пересчёта единиц измерения из молей в миллимоли.

Пример. На титрование 100 мл пробы воды израсходовано 3,5 мл раствора трилона Б 0,05 моль/л экв. Общая жёсткость составила:

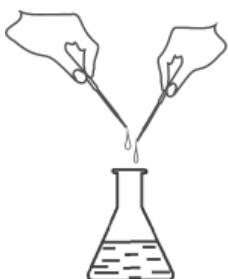
$$\mathcal{K}_{\text{общ}} = V_{TP} \times 0,5 = 3,5 \times 0,5 = 1,75 \text{ } ^{\circ}\text{Ж}.$$

10.4.1.2. Титриметрическое определение общей жёсткости при значениях 0,02–0,1 °Ж

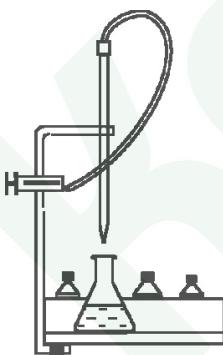
ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

**1.**

Налейте анализируемую воду в коническую колбу вместимостью 250 мл до метки «100 мл».

**2.**

Добавьте полимерными пипетками 2,5 мл аммиачного буферного раствора, 7 капель раствора индикатора кислотного хромового тёмно-синего, перемешайте.

**3.**

Титруйте пробу с помощью градуированной пипетки вместимостью 2 мл раствором трилона Б 0,005 моль/л экв. до отчётливого изменения окраски раствора с розовой на синюю.

4.

Рассчитайте значение общей жёсткости ($J_{общ}$) в °Ж (ммоль/кг экв.) по формуле (5):

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

$$Ж_{общ} = \frac{V_{TP} \times H \times 1000}{V_{PP}} = \frac{V_{TP} \times 0,005 \times 1000}{100} = V_{TP} \times 0,05 \quad (5)$$

где V_{TP} — объём раствора трилона Б 0,005 моль/л экв., израсходованный на титрование пробы, мл;

H — концентрация раствора трилона Б, 0,005 моль/л экв.;

V_{PP} — объём пробы воды, взятой на анализ, 100 мл;

1000 — коэффициент пересчёта единиц измерения из молей в миллимоли.

Пример. На титрование 100 мл пробы воды израсходовано 1,2 мл раствора трилона Б 0,005 моль/л экв. Общая жёсткость составила:

$$Ж_{общ} = V_{TP} \times 0,05 = 1,2 \times 0,05 = 0,060 \text{ °Ж.}$$

10.5 Жёсткость кальциевая

Данный показатель — жёсткость кальциевая — отражает содержание в анализируемой воде ионов кальция (Ca^{2+}) и определяется, как правило, при анализе производственных вод котельных, что закреплено в соответствующей нормативной документации (РД 24.031.120-91).

10.5.1 Титриметрическое определение кальциевой жёсткости с трилоном Б и хромовым тёмно-синим в сильнощелочной среде

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Жёсткость кальциевая в виде концентрации ионов кальция определяется титриметрическим методом. Определение основано на реакции взаимодействия растворённых солей кальция с реагентом — трилоном Б (двунатриневой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты) в присутствии индикатора хромового тёмно-синего. Однако в отличие от определения общей жёсткости, проводимой в щелочной среде при $\text{pH} = 9$, определение кальция проводят в сильнощелочной среде при $\text{pH} = 12\text{--}13$ — в таких условиях магний практически полностью осаждается в виде $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Конечная точка титрования определяется по изменению окраски индикатора хромового тёмно-синего из розово-красной в фиолетово-голубую.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к анализу состоит в приготовлении растворов гидроксида натрия 2,0 моль/л и трилона Б 0,05 моль/л экв. по истечении сроков годности или израсходовании.

Приготовление раствора гидроксида натрия 2,0 моль/л

При израсходовании раствора гидроксида натрия 2,0 моль/л или по истечении срока годности потребитель готовит новый раствор из имеющейся навески гидроксида натрия в составе изделия (8,0 г).



Для приготовления раствора гидроксида натрия с концентрацией 2,0 моль/л содержимое флакона количественно перенесите в мерную колбу вместимостью 100 мл. Для этого прилейте во флакон с навеской гидроксида натрия дистиллированную воду (примерно 2/3 объёма флакона), закройте флакон пробкой и перемешайте до полного растворения навески. Перенесите полностью раствор из флакона в мерную колбу, ополос-

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

ните флакон несколько раз небольшими порциями дистиллированной воды, сливая воду после ополаскивания в колбу. Затем раствор в колбе доведите до метки дистиллированной водой, после чего перемешайте. Раствор охладите до комнатной температуры. Если есть необходимость, добавьте дистиллированную воду до метки, перемешайте. Раствор перелейте в освободившийся флакон из-под раствора гидроксида натрия, плотно закройте крышкой. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке флакона.

Срок годности раствора гидроксида натрия — 3 месяца.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

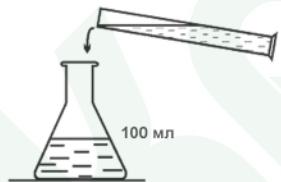
Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ-3, тест-комплекта «Жесткость кальциевая КВ».

Посуда, принадлежности: градуированные пипетки для титрования вместимостью 2 и 10 мл; колба коническая для титрования на 250 мл; колба мерная вместимостью 100 и 2000 мл; пипетки полимерные; соединительная трубка (сифон); стойка-штатив; шприц-дозатор вместимостью 10 мл.

Примечание. Колба мерная вместимостью 2000 мл в состав изделия не входит.

Реагенты, растворы, материалы: гидроксид натрия (навеска 8 г); раствор гидроксида натрия 2 моль/л; раствор индикатора хромового тёмно-синего; раствор трилон-Б 0,05 моль/л экв.; стандарт-титр грилона Б (0,1 моль/л экв.).

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



1.

Налейте анализируемую воду цилиндром в коническую колбу вместимостью 250 мл до метки «100 мл».



2.

Добавьте полимерной пипеткой 2 мл раствора гидроксида натрия 2 моль/л, содержимое колбы перемешайте круговыми движениями.



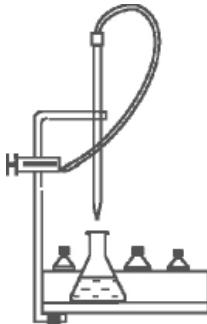
Выдержите раствор 5 мин.

3.

Добавьте полимерной пипеткой 3 капли раствора индикатора хромового тёмно-синего, содержимое колбы перемешайте круговыми движениями.

**4.**

Титруйте пробу с помощью градуированной пипетки вместимостью 10 мл раствором трилона Б 0,05 моль/л экв. до отчётливого изменения окраски раствора с розово-красной на фиолетово-голубую.

**5.**

Рассчитайте значение кальциевой жёсткости (\mathcal{K}_{Ca}) в °Ж (ммоль/кг экв.) по формуле (6):

$$\mathcal{K}_{Ca} = \frac{V_{TP} \times H \times 1000}{V_{PP}} = \frac{V_{TP} \times 0,05 \times 1000}{100} = V_{TP} \times 0,5 \quad (6)$$

где V_{TP} — объём раствора трилона Б 0,05 моль/л экв., израсходованный на титрование пробы, мл;

H — концентрация раствора трилона Б, 0,05 моль/л экв.;

V_{PP} — объём пробы воды, взятой на анализ, 100 мл;

1000 — коэффициент пересчёта единиц измерения из молей в миллимоли.

Пример. При определении кальциевой жёсткости на титрование 100 мл пробы воды израсходовано 1,2 мл раствора трилона Б 0,05 моль/л экв. Кальциевая жёсткость составила:

$$\mathcal{K}_{Ca} = 1,2 \times 0,5 = 0,6 \text{ ммоль/кг экв.}$$

10.6 Жёсткость карбонатная (расчётно-графический метод)

Жёсткость карбонатная (\mathcal{K}_k) отражает концентрацию растворённых солей кальция и магния в формах гидрокарбонатов и карбонатов и является важным показателем, нормативно регламентированным в виде предельно-допустимых значений для тепловых сетей. Фактические значения карбонатной жёсткости для тепловых сетей и температурных режимов не должны превышать предельных нормативов, приведённых в РД 24.031.120⁸.

Предельные нормативы карбонатной жёсткости, численно не указанные в нормативной документации, устанавливаются для водогрейных котлов систем теплоснабжения закрытого типа и другого производственного оборудования (рН более 8,5) на основании соотношения значений общей жёсткости и общей щёлочности, предварительно аналитически определённых по п. 10.4 и 10.21 соответственно.

Таким образом, оценку соответствия водно-химического режима работы оборудования нормативным значениям выполняют в 2 этапа:

- 1) рассчитывают значение карбонатной жёсткости воды;
- 2) графически по номограмме определяют нормативное предельное значение карбонатной жёсткости, необходимое для оценки соответствия фактических параметров заданным для водно-химического режима.

ПРОВЕДЕНИЕ РАСЧЁТА

При расчёте значения карбонатной жёсткости пробы воды (\mathcal{K}_k , ммоль/кг экв.) возможны два случая в зависимости от соотношения предварительно аналитически определённых значений общей жёсткости ($\mathcal{K}_{общ}$) и общей щёлочности ($\mathcal{W}_{общ}$):

1. $\mathcal{K}_{общ} > \mathcal{W}_{общ}$. В этом случае карбонатная жёсткость (\mathcal{K}_k) принимается равной щёлочности общей ($\mathcal{W}_{общ}$):

$$\mathcal{K}_k = \mathcal{W}_{общ}.$$

2. $\mathcal{K}_{общ} < \mathcal{W}_{общ}$. В этом случае карбонатная жёсткость (\mathcal{K}_k) принимается равной жёсткости общей ($\mathcal{K}_{общ}$):

$$\mathcal{K}_k = \mathcal{K}_{общ}.$$

⁸ См. также Руководство по аналитическому химическому контролю, п. 2.2.

ГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Если значение pH анализируемой сетевой или подпиточной воды превышает 8,5 ед. pH (это соответствует наличию щелочной реакции воды при добавлении индикатора фенолфталеина), в состав общей щёлочности входит карбонатная щёлочность ($Ш_K$), рассчитываемая по п. 10.22. В этом случае нормативно допустимое значение карбонатной жёсткости устанавливается по номограммам зависимости предельно допустимого значения карбонатной жёсткости от значения карбонатной щёлочности. Данные номограммы представлены на рис. 11 для температур 115, 150 и 200 °C.

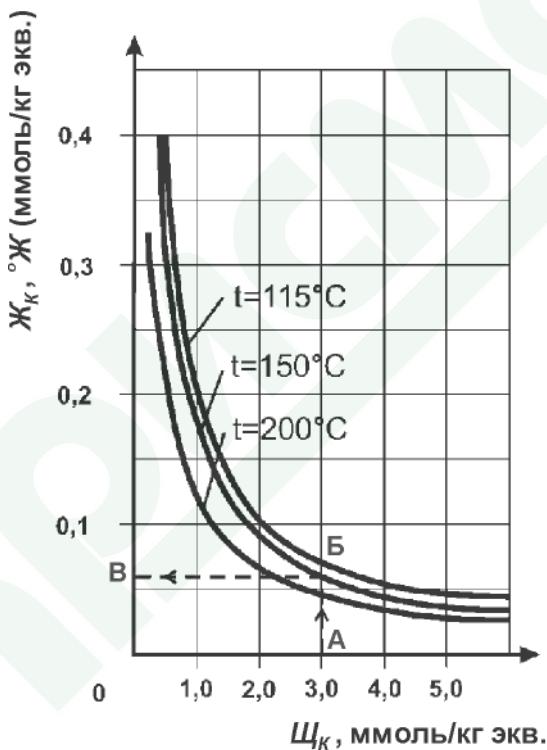


Рисунок 11. Номограммы зависимости предельно допустимого значения карбонатной жёсткости ($Ж_K$) от значения карбонатной щёлочности ($Ш_K$) при температурах (t) 115, 150, 200 °C (с построением к примеру)

Пример. Значение температуры воды измерено на выходе из водогрейного котла и имеет значение, близкое 150 °С. Значение карбонатной щёлочности определено по п. 10.22 и составляет $\bar{J}_K = 3$ ммоль/кг экв.

Для нахождения предельно допустимого значения карбонатной жёсткости на горизонтальной оси графика находим точку А, соответствующую значению карбонатной щёлочности (3 ммоль/кг экв.). От точки А восстанавливаем перпендикуляр до точки пересечения с кривой для фактической температуры сетевой воды на выходе из водогрейного котла $t = 150$ °С (точка Б). Далее проводим прямую линию из точки Б перпендикулярно до вертикальной оси с пересечением в точке В, в которой и находим искомое значение предельно допустимой карбонатной жёсткости: $J_K \approx 0,06$ °Ж (ммоль/кг экв.).

10.7 Жёсткость условная сульфатно-кальциевая (расчётно-графический метод)

Условная сульфатно-кальциевая жёсткость $J_{y_{CK}}$ нормируется для сетевой и подпиточной воды (см. табл. 1 РД 24 031.120). За условную сульфатно-кальциевую жёсткость принимается значение кальциевой жёсткости J_{Ca} (определяется аналитически по п. 10.5), принимаемой как имеющую предельно допустимое значение, находимое расчётно-графическим методом по номограмме (приведена на рис. 12). При использовании номограммы необходимы фактические (аналитически определённые) значения концентрации сульфатов и солесодержания, а также температуры сетевой воды на выходе из котла. Получение искомого значения проводится в несколько этапов.

Подготовка данных для расчётно-графического определения

Для проведения графического сопоставления предварительно необходимо подготовить следующие данные:

- определить аналитически концентрацию сульфатов C_C по п. 10.15;
- иметь данные о значении температуры воды на выходе из водогрейного котла;
- определить значение солесодержания в виде приближенного значения сухого остатка S , как указано ниже (допускается использовать данные кондуктометрического определения по п. 10.18 настоящего руководства (РТМ 24.030.24)).

Определение значения солесодержания в виде приближённого значения сухого остатка. Значение солесодержания в виде приближённого значения сухого остатка предусмотрено РД 24 031.120 и необходимо для определения по номограмме (рис. 12) величины допустимой условной сульфатно-кальциевой жёсткости.

Приближённое значение сухого остатка S (в мг/кг) рассчитайте по эмпирической формуле (7):

$$S = (\text{Щ}_{o\sigma} + K) \times 50 + O_n \times 3,5 \quad (7)$$

где $\text{Щ}_{o\sigma}$ — щёлочность общая, определённая по п. 10.21, ммоль/кг экв.;

K — кислотность, определённая по п. 10.15.2, ммоль/кг экв.;

O_n — перманганатная окисляемость, определённая по п. 10.13, мгО/кг;

50 — приближённый средневзвешенный эквивалент для всех катионов и анионов, обычно присутствующих в пресных водах, используемых для систем теплоснабжения;

3,5 — эмпирический коэффициент перевода показателя перманганатной окисляемости (в мгО/кг) в показатель концентрации органических веществ.

Проведение графического определения

Условная сульфатно-кальциевая жёсткость находится по номограмме, приведённой на рис. 12. Данная номограмма имеет несколько шкал с фактическими данными — солесодержания (S), концентрации сульфатов C_C и температуры на выходе из водогрейного котла (t), а также шкалу с искомыми значениями условной сульфатно-кальциевой жёсткости. Имея указанные выше данные и используя номограмму, необходимо выполнить простые графические построения. Для расчётно-графического определения указанных значений по номограмме необходимо:

- соединить на номограмме прямой точку, соответствующую значению солесодержания S , с точкой значения температуры воды на выходе из котла (t) (прямая 1);
- отметить точку пересечения нанесённой прямой 1 со средней осью номограммы (точка А);
- через точку А на средней оси номограммы провести прямую 2 от точки, соответствующей концентрации сульфатов C_C , до пересечения со шкалой $\mathcal{J}_{УСК}$ (точка Б).

Точка Б на номограмме указывает значение условной сульфатно-кальциевой жёсткости, которая принимается как предельно допустимое значение кальциевой жёсткости \mathcal{J}_{Ca} .

Пример. Определены параметры котловой воды:

- солесодержание $S = 250$ мг/кг (как приближённое значение сухого остатка либо электрометрически);
- температура на выходе водогрейного котла $t = 150$ °C;
- концентрация сульфатов $C_C = 3,5$ мг-экв/кг (ммоль/л экв.) аналитически по п. 10.15.

На номограмме соединили прямой точку, соответствующую значению солесодержания S (250 мг/кг), с точкой значения температуры воды на выходе из котла, 150 °C (прямая 1).

Отметили точку пересечения нанесённой прямой 1 со средней осью номограммы (точка А). Через точку А на средней оси номограммы и точку с концентрацией сульфатов C_C (3,5 мг-экв/кг) провели прямую 2 до пересечения со шкалой $\mathcal{J}_{УСК}$ (точка Б). Точка Б на номограмме соответствует значению условной сульфатно-кальциевой жёсткости 2,9 мг-экв/кг (ммоль/кг экв.). Найденное значение принимается в качестве предельно допустимого значения \mathcal{J}_{Ca} для данного водно-химического режима (т. е. значение кальциевой жёсткости подпиточной и сетевой воды, определённое аналитически по п. 10.5, не должно быть более указанной величины).

10.7 Жёсткость условная сульфатно-кальциевая (расчётно-графический метод)

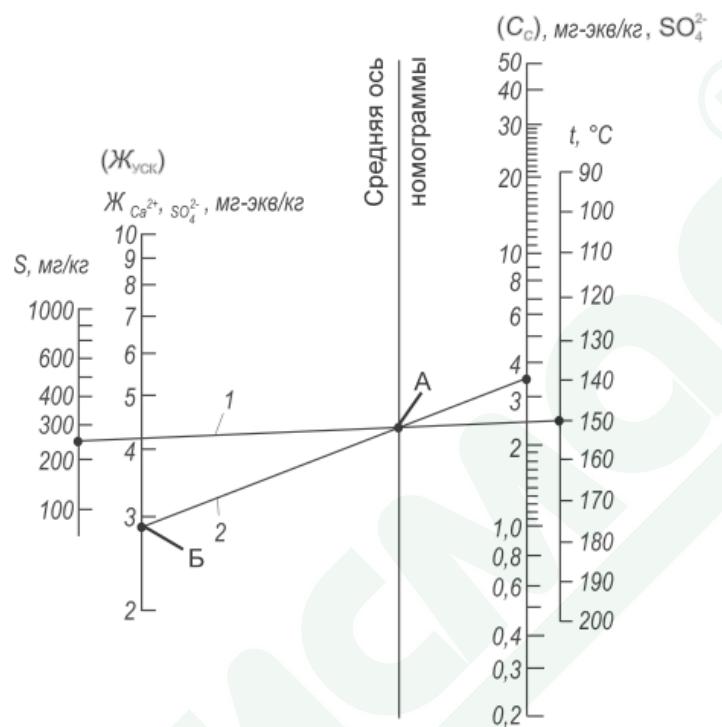


Рисунок 12. Номограмма для определения условной сульфатно-кальциевой жёсткости ($\text{Ж}_{\text{yск}}$) в зависимости от солесодержания (сухого остатка S), концентрации сульфатов (SO_4^{2-}) и температуры воды на выходе из водогрейного котла (t) (с построениями и обозначениями к примеру на с. 110)

10.8 Кислород

Присутствие растворённого кислорода в котловой воде чрезвычайно опасно, так как коррозионная активность воды резко возрастает. Даже микроконцентрации кислорода на уровне 50 мкг/л могут вызвать серьёзные последствия, ускоряя процессы коррозии металлов. К примеру, в котлах высокого давления остаточный кислород в питательной воде практически полностью реагирует с металлами котельной системы, вызывая питтинг котловых труб и повсеместную общую коррозию. Поэтому контроль содержания растворённого кислорода в теплоэнергетике и при эксплуатации производственного оборудования является важнейшей задачей для предотвращения повреждаемости металла кислородной коррозией. Содержание кислорода в технологических водах нормируется жёстко и обычно лежит в пределах, не превышающих 50 мкг/л.

Большую часть растворённого в воде кислорода удаляют в деаэраторе или ином устройстве обескислороживания; оставшийся в воде кислород удаляют химическим способом, добавляя восстанавливающие реагенты на основе сульфита натрия или гидразина.

Многие факторы в работе теплоэнергетического оборудования могут привести к изменению концентрации кислорода в рабочих средах. К таким факторам относятся колебания давления пара и конденсата, состояние форсунок, изменение расхода подачи воды, попадание воздуха. Измерение концентрации растворённого кислорода в воде очень важно при эксплуатации котельного оборудования, когда при высоких температурах парового цикла даже малые концентрации кислорода могут привести к серьёзным проблемам вследствие процессов коррозии. Это вызывает необходимость текущего (оперативного) контроля именно малых концентраций кислорода в широком диапазоне концентраций.

10.8.1 Визуально-колориметическое определение кислорода с индигокармином

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения кислорода с реагентом индигокармином является визуально-колориметрическим и предусмотрен РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91, а также (в части метода отбора пробы) ОСТ 34-70-953.23-92. Определение основано на связывании растворённого в воде кислорода индигокармином в его восстановленной форме — форме лейкосоединения, которую получают, пропуская содержащий индигокармин раствор через редуктор, заполненный амаль-

гамированным гранулированным цинком. Восстановленная форма индигокармина (лейкосоединения), имеющая золотисто-жёлтую окраску, при окислении за счёт растворённого в воде кислорода меняет свою окраску до тёмно-синей.

Концентрацию кислорода в воде определяют в двух вариантах данного метода, отличающихся точностью и объёмом подготовительных операций. При этом визуальное колориметрирование проводят путём сравнения интенсивности окраски пробы с окраской образцов на плёночной контрольной шкале, либо с окраской образцов шкалы растворов-имитаторов.

При использовании готовой плёночной контрольной шкалы определяемые концентрации кислорода (и, соответственно, образцы окраски цветовой шкалы) составляют 0, 20, 60, 100 мкг/кг.

При использовании шкалы растворов-имитаторов предусматривается их предварительное приготовление для значений концентраций 0, 10, 20, 40, 60, 80, 100 мкг/кг. Данный вариант более трудоёмок, однако позволяет повысить качество определения, так как имеет большее (по сравнению с плёночной шкалой) количество определяемых концентраций, а визуальное сравнение окраски пробы происходит с растворами, находящимися в таких же склянках, как проба.

Данный метод применяется при анализе производственных вод — питательной котловой воды, а также конденсата пара.

Объём пробы для анализа составляет от 150 до 250 мл, в зависимости от используемой склянки, продолжительность выполнения определения — не более 1 ч.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ, тест-комплекта «Кислород КВ».

Посуда, принадлежности: колба коническая на 250 мл; комплект редуктора (см. ниже); мерная колба на 100 мл; палочка стеклянная; пипетки градуированные вместимостью 2,0 и 10 мл; пипетки полимерные; склянки БПК вместимостью 150–250 мл (2 шт.); стойка-штатив для титрования; флакон для хранения раствора марганцовокислого калия 0,01 моль/л экв.; шприц-дозатор с трубкой полимерной для титрования; цилиндр мерный на 100 мл; чашка фарфоровая.

Принадлежности для отбора проб: трубка резиновая гибкая (шланг); тройник стеклянный; стеклянные наконечники (2 шт.)

Примечание. Трубка резиновая гибкая (шланг) поставляется отрезком для соединений тройника с наконечниками и его подсоединения к пробоотборной точке на месте отбора проб.

Комплект редуктора: бюретка на 25 мл, трубка полимерная гибкая в сборе с дозировочным элементом и специальным стеклянным наконечником.

Реагенты и растворы: вода дистиллированная; гидроксид натрия; индигокармин; пикриновая кислота; раствор азотной кислоты 5%; раствор аммиака 5 моль/л экв.; раствор гидроксида натрия 0,1 моль/л; раствор индигокармина кислый (0,1–0,2 моль/л экв., $T_K = 0,02$ мг/мл); раствор индикатора смешанного; раствор индикатора фенолфталеина; раствор марганцовокислого калия 0,1 моль/л экв.; раствор ртути (II) азотнокислой 10%; раствор серной кислоты 0,1 моль/л экв.; ртуть (II) азотнокислая; стандарт-титр серной кислоты (0,1 моль/л экв.); цинк гранулированный; стандарт-титр гидроксида натрия 0,1 моль/л.

Контрольная плёночная цветовая шкала образцов окраски проб для визуального колориметрирования «Кислород КВ» (0; 20; 60; 100 мкг/кг).

Примечание. Для выполнения определения необходимы (в состав изделия не входят):

- ведёрко для размещения пробоотборной склянки и сбора промывной воды при отборе проб высотой около 200 мм (2 шт.);
- раствор аммиака концентрированный 25%;
- колбы мерные вместимостью 250 мл (7 шт.) и склянки пробоотборные вместимостью 150–250 мл (7 шт., дополнительно к имеющемуся в составе изделия) для построения шкалы растворов-имитаторов;
- колба мерная вместимостью 1000 мл;
- штатив лабораторный на устойчивом основании с зажимами либо монтажная стойка (для установки редуктора).

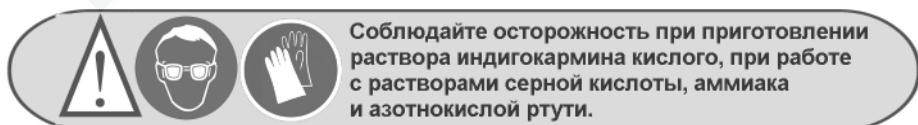
ПОДГОТОВКА К ОПРЕДЕЛЕНИЮ

Подготовка к проведению анализа при определении кислорода состоит в приготовлении ряда вспомогательных растворов, аммиачного раствора лейкоиндигокармина, а также приготовлении шкалы растворов-имитаторов (для расширения диапазона измеряемых концентраций).

При израсходовании растворов гидроксида натрия, серной кислоты, азотнокислой ртути, индигокармина кислого необходимо приготовить новые растворы из реагентов, имеющихся в составе лаборатории.

Аммиачный раствор лейкоиндигокармина, необходимый для проведения анализа, должен быть свежим, поэтому его нужно готовить непосредственно перед проведением анализа из реагентов, имеющихся в составе лаборатории.

Используемую при приготовлении растворов дистиллированную воду следует содержать в герметичной посуде во избежание абсорбции содержащего кислород воздуха.



Соблюдайте осторожность при приготовлении раствора индигокармина кислого, при работе с растворами серной кислоты, аммиака и азотнокислой ртути.

Приготовление вспомогательных растворов

Приготовление раствора марганцовокислого калия 0,01 моль/л экв.

Данный раствор применяется при определении титра кислого раствора индигокармина по кислороду. Поместите 10 мл раствора марганцовокислого калия 0,1 моль/л экв. в мерную колбу вместимостью 100 мл, доведите объём раствора до метки дистиллированной водой, перемешайте. Раствор перелейте в соответствующий освободившийся тёмный флакон из состава ВХЭЛ (тест-комплекта) и храните в темноте. Раствор используйте свежеприготовленным.

Приготовление раствора серной кислоты 0,1 моль/л экв.

Данный раствор применяется при определении титра кислого раствора индигокармина по кислороду. Содержимое ампулы со стандарт-титром 0,1 моль/л эквивалента серной кислоты перенесите количественно в мерную колбу вместимостью 1 л и доведите объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешайте. Срок годности раствора — 1 год.

Приготовление раствора гидроксида натрия 0,1 моль/л

Данный раствор, применяемый при определении кислотности кислого раствора индигокармина, может быть приготовлен из навески гидроксида натрия либо из стандарт-титра (в зависимости от имеющегося в составе изделия).

Навеску гидроксида натрия (4,5 г) растворите в небольшом количестве дистиллированной воды. Раствор перенесите в мерную колбу вместимостью 1 л и доведите объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешайте.

Определите концентрацию приготовленного раствора по раствору серной кислоты 0,1 моль/л эквивалента. Для этого к 20 мл раствора гидроксида натрия добавьте 80 мл дистиллированной воды и 2–3 капли смешанного индикатора, титруйте раствором серной кислоты до перехода окраски из зелёной в фиолетовую. Концентрацию раствора гидроксида натрия (моль/л) рассчитайте по формуле (8):

$$N = \frac{0,1 \times V}{20}, \quad (8)$$

где V — объём раствора серной кислоты, пошедший на титрование, мл;

0,1 — концентрация раствора серной кислоты, моль/л экв.;

20 — объём раствора гидроксида натрия, взятый для титрования, мл.

Приготовление раствора гидроксида натрия из стандарт-титра выполняйте, как описано в п. 10.15.2.

Срок годности раствора — 3 месяца. Концентрация раствора гидроксида натрия проверяется периодически один раз в месяц.

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Приготовление раствора аммиака 5 моль/л экв.

Данный раствор применяется при приготовлении аммиачного раствора индигокармина.

Отберите в мерный цилиндр (мерную колбу) 37,5 мл концентрированного 25% раствора аммиака и разбавьте дистиллированной водой до объёма 100 мл, перемешайте. Раствором заполните чистый освободившийся соответствующий флакон из состава ВХЭЛ (тест-комплекта), оставшийся раствор перелейте в подходящую посуду. Срок годности раствора — 1 год.

Приготовление раствора ртути (II) азотнокислой

Данный раствор используется при подготовке редуктора с амальгамированным цинком.

Навеску ртути (II) азотнокислой из флакона (10,0 г) полностью перенесите в цилиндр или мерную колбу на 100 мл, добавьте 15–20 мл раствора азотной кислоты 5%, растворите при перемешивании соль и доведите объём раствора дистиллированной водой до метки «100 мл», перемешайте. Перенесите полученный раствор в соответствующий освободившийся флакон из состава лаборатории. Срок годности раствора — 1 год.



Приготовление раствора пикриновой кислоты

Данный раствор используется для приготовления шкалы растворов-имитаторов.

Навеску пикриновой кислоты (0,37 г) полностью перенесите из флакона в мерную колбу вместимостью 1 л и доведите объём до метки дистиллированной водой, перемешайте.

Срок годности раствора пикриновой кислоты — 1 год.

Приготовление аммиачного раствора индигокармина

Приготовление аммиачного раствора индигокармина включает приготовление растворов индигокармина кислого, установление его титра по кислороду и кислотности, затем перевод последнего в аммиачную форму.

Приготовление раствора индигокармина кислого.

Получаемый раствор должен иметь кислотность по фенолфталеину 0,1–0,2 моль/л экв. и титр по кислороду, примерно равный 0,02 мг/мл кислорода.

Перенесите навеску индигокармина (0,5 г) из флакона в фарфоровую чашку и нагрейте на водяной бане с 4 мл концентрированной серной кислоты до полного растворения навески, помешивая стеклянной палочкой. Перенесите

содержимое чашки в мерную колбу вместимостью 1 л, осторожно разбавьте дистиллированной водой и доведите объём раствора до метки, перемешайте. Выдержите раствор 5–6 дней. Раствор отфильтруйте. Далее установите титр раствора по кислороду и его кислотность, как описано ниже.

Пригодность раствора индигокармина кислого к дальнейшим операциям определяется при условии сохранения его первоначальной ярко-синей окраски (окраска раствора не должна измениться!), а также при установлении значения титра раствора по кислороду (не должен быть менее 0,02 мг/л) и кислотности раствора (должна быть в пределах 0,1–0,2 моль/л экв). Ниже приведены методики установления титра кислотности по кислороду и его кислотности.

Установление титра раствора индигокармина кислого по кислороду.

К 20 мл раствора индигокармина кислого прибавьте 50 мл дистиллированной воды, 10 мл серной кислоты 0,1 моль/л экв. и титруйте раствором марганцовокислого калия 0,01 моль/л экв. до жёлтого цвета. Определите титр раствора индигокармина кислого по кислороду (T , мг/мл) по формуле (9):

$$T = \frac{V \times 0,08}{20}, \quad (9)$$

где V — объём раствора KMnO_4 0,01 моль/л экв., израсходованный на титрование, мл;

0,08 — титр раствора KMnO_4 0,01 моль/л экв. по кислороду, мг/мл;

20 — количество раствора индигокармина кислого, мл.

Примечание. Кислый раствор индигокармина в процессе хранения может изменить свою окраску в результате окисления. Если первоначальная ярко-синяя окраска раствора изменилась, необходимо приготовить свежий раствор. Срок годности раствора определяется его титром по кислороду. Титр раствора кислого индигокармина по кислороду должен быть не менее 0,02 мг/л.

Если титр раствора индигокармина кислого более 0,02 мг/мл кислорода, разбавьте раствор дистиллированной водой. Необходимый объём дистиллированной воды для заданного объёма индигокармина (V , мл) рассчитайте по формуле (10):

$$V = \frac{(T - 0,02) \times W}{0,02}, \quad (10)$$

где W — объём раствора кислого индигокармина, мл;

0,02 — предельное значение титра раствора индигокармина кислого, мг/мл;

T — титр раствора индигокармина кислого, определённый аналитически, как указано выше, и рассчитанный по предыдущей формуле (9).

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Установление кислотности раствора индигокармина кислого

К 10 мл раствора индигокармина кислого (с титром 0,02 мг/мл O_2) прибавьте 50 мл дистиллированной воды, добавьте 10–15 капель раствора индикатора фенолфталеина и титруйте раствором $NaOH$ 0,1 моль/л экв. до перехода окраски из синей в фиолетовую. Кислотность раствора индигокармина ($K_{II.K.}$, моль/л экв.) определите по формуле (11):

$$K_{II.K.} = \frac{0,1 \times V_{NaOH}}{10} = 0,01 \times V_{NaOH}, \quad (11)$$

где V_{NaOH} — объём раствора $NaOH$ 0,1 моль/л экв., израсходованный на титрование, мл;

0,1 — концентрация раствора $NaOH$, моль/л экв.;

10 — объём раствора индигокармина кислого, взятый для определения, мл.

Кислотность раствора индигокармина кислого должна быть в пределах 0,1–0,2 моль/л экв.

Перевод индигокармина в аммиачную форму

Для приготовления аммиачного раствора индигокармина с концентрацией 0,2 моль/л экв. разбавьте раствор индигокармина кислого в подходящей посуде (полимерном стакане) раствором аммиака с концентрацией 5 моль/л экв. Необходимый объём аммиака для данного раствора индигокармина кислого (V , мл) рассчитайте по формуле (12):

$$V = \frac{(K_{II.K.} + 0,2) \times W}{5}, \quad (12)$$

где W — объём раствора кислого индигокармина, мл;

$K_{II.K.}$ — кислотность раствора кислого индигокармина, моль/л экв.;

0,2 — заданная концентрация аммиачного раствора индигокармина, моль/л экв.

Полученный аммиачный раствор индигокармина необходим далее для приготовления аммиачного раствора лейкоиндигокармина. Аммиачный раствор индигокармина неустойчив при хранении, поэтому приготавливайте его небольшими порциями. Свежеприготовленный аммиачный раствор индигокармина имеет синюю окраску.

Аммиачный раствор индигокармина пригоден для дальнейшего использования в течение 2–3 дней при условии сохранения его синей окраски (при изменении окраски следует приготовить свежий раствор), а также при соответствии значения щёлочности данного раствора около 0,2 моль/л (ниже приведена методика проверки щёлочности раствора).

Проверка щёлочности аммиачного раствора индигокармина

К 5 мл аммиачного раствора индигокармина прибавьте 50 мл дистиллированной воды, добавьте 2 капли смешанного индикатора и титруйте раствором серной кислоты 0,1 моль/л экв. до перехода окраски из синей в фиолетовую. Щёлочность аммиачного раствора индигокармина (Щ , моль/л экв.) определите по формуле (13):

$$\text{Щ} = \frac{0,1 \times V}{5}, \quad (13)$$

где V — объём раствора серной кислоты, пошедший на титрование, мл;

0,1 — концентрация раствора серной кислоты, моль/л экв.;

5 — объём аммиачного раствора индигокармина, взятый для титрования, мл.

Щёлочность аммиачного раствора индигокармина должна быть около 0,2 моль/л экв.

Приготовление шкалы растворов-имитаторов

В состав лаборатории входит плёночная контрольная шкала образцов окраски «Кислород КВ». Чтобы расширить диапазон измеряемых концентраций, потребитель может приготовить шкалу растворов-имитаторов самостоятельно перед проведением анализа из реактивов, имеющихся в составе ВХЭЛ.

Шкалу растворов-имитаторов приготавливают путём смешивания раствора индигокармина кислого и раствора пикриновой кислоты. Шкалу растворов-имитаторов приготавливают согласно алгоритму, приведённому в табл. 13.

Таблица 13

Приготовление шкалы растворов-имитаторов при определении кислорода

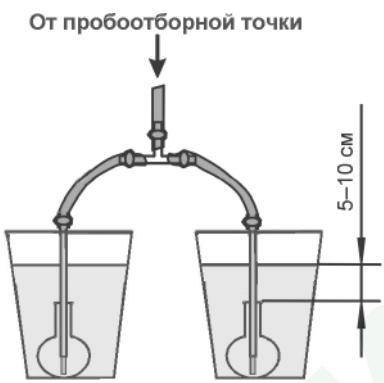
Наименование используемого раствора	Количество раствора, мл						
	Номер раствора-имитатора						
	1	2	3	4	5	6	7
1 Раствор индигокармина кислого, мл	—	0,11	0,22	0,45	0,68	0,90	1,12
2 Раствор пикриновой кислоты, мл	1,50	1,39	1,28	1,05	0,82	0,60	0,38
3 Вода дистиллированная	Довести объём каждой пробы до 250 мл						
Концентрация кислорода в пробе, мкг/кг	0	10	20	40	60	80	100
Цвет	Лимонно-жёлтый	Жёлто-салатный	Светло-салатный	Тёмно-салатный	Бирюзовый	Бирюзово-голубой	Голубой

Растворы приготавливают в мерных колбах вместимостью 250 мл. Для сохранения устойчивой окраски растворы-имитаторы должны быть помещены в одинаковые пробоотборные склянки из прозрачного стекла (150–250 мл). Такая же склянка используется для отбора проб воды.

Срок годности шкалы растворов-имитаторов — 1 неделя.

ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Общие правила отбора проб должны соответствовать приведённым в п. 9. Вода при отборе пробы должна иметь температуру не более 40 °C.



Пробы воды отбираются одновременно (параллельно) в две склянки с использованием тройника со шлангами и наконечниками для отбора проб из состава изделия.

Для этого на штуцер пробоотборной точки оборудования надевают трубку, соединённую с тройником, к которому подсоединены через резиновые шланги стеклянные наконечники. Наконечники опускают в пробоотборные склянки, каждая из которых установлена на дно подходящей ёмкости (например, ведёрка), глубина которой должна превышать высоту склянок не менее чем на 10 см.

Примечание. Соединительные резиновые трубы отрезаются от куска резиновой трубы (шланга) длиной ~ 2 м. Их длина определяется по месту отбора проб, но должна быть минимальной (чем короче расстояние от пробоотборной точки до пробоотборника, тем точнее результат).

Перед отбором проб шланги и наконечники должны быть промыты потоком анализируемой воды, причём для удаления из трубок воздуха целесообразно во время промывки несколько раз их поднимать. При промывке наконечников и отборе проб истечение воды через наконечники должно быть спокойным со скоростью 0,5–0,6 л/мин.

При отборе проб проводится наполнение склянок анализируемой водой. При этом через склянки пропускают анализируемую воду, не прекращая её поступления. В процессе этого пропускания вода переполняет склянки и сливается в ведёрки. Пропускание воды прекращают, когда уровень воды в ведёрках окажется выше верха склянки на 5–10 см. После этого наконечники из склянок осторожно вынимают и сразу же вводят раствор лейкоиндиокармина из редуктора (см. этап С определения).



Отобранные пробы хранению не подлежат.

Шланги при отборе проб на кислород в малых концентрациях должны быть изготовлены из резиновой трубы или иного материала, предохраняющего от попадания микроколичеств кислорода из воздуха в пробу при заполнении склянок.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Определение кислорода в воде осуществляется в 3 этапа, что обусловлено особенностями каждого из них.

На этапе А проводится подготовка редуктора с аммиачным раствором лейкоиндигоармина, которая должна позволить получить свежеприготовленный раствор для его скорейшего использования на последующих этапах.

На этапе В проводится отбор пробы для анализа. Отбор пробы должен проводиться с соблюдением правил, приведённых в настоящем руководстве, и не может быть выполнен заблаговременно.

На этапе С выполняется введение в склянку с пробой раствора лейкоиндигоармина и визуальное колориметрирование пробы с использованием плёночной контрольной шкалы либо шкалы растворов-имитаторов.

Этап А. Подготовка редуктора с аммиачным раствором лейкоиндигоармина

Используемый при определении растворённого кислорода по настоящей методике редуктор собирается на основе бюретки вместимостью 25 мл, которая заполняется амальгамированным цинком. Редуктор крепится на лабораторном штативе с помощью зажимов, либо на монтажной стойке, позволяющей удерживать заполненную цинковыми гранулами бюретку (рис. 13).

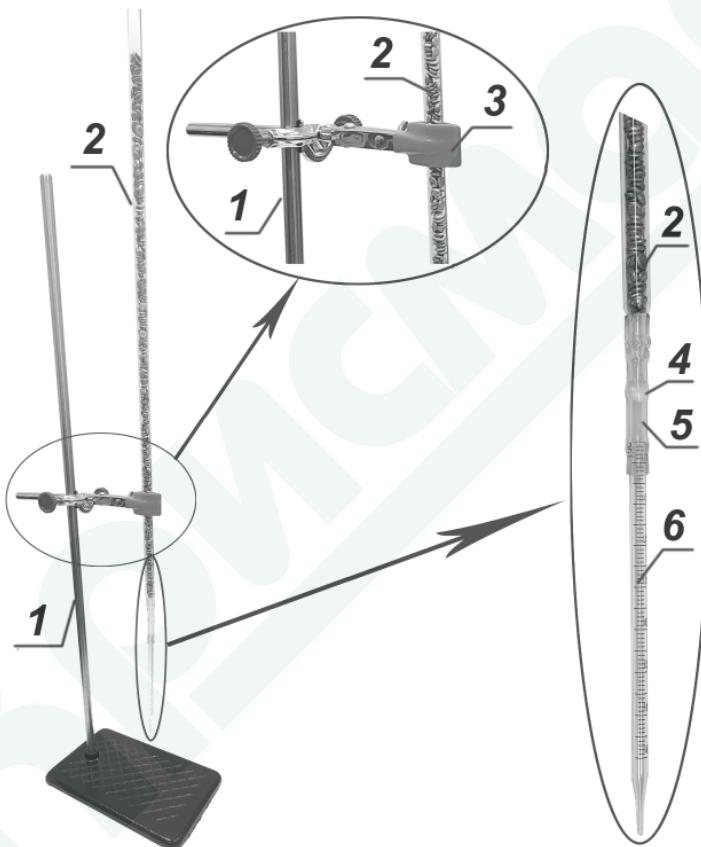
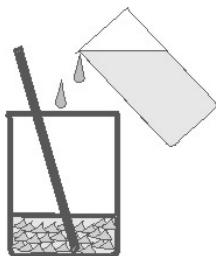


Рисунок 13. Редуктор в сборе:

- 1 — штатив лабораторный; 2 — бюретка, заполненная амальгамированным цинком;
3 — зажим; 4 — дозировочный элемент («бусынка»); 5 — трубка гибкая полимерная;
6 — наконечник специальный

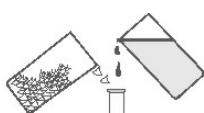
Примечание. В качестве монтажной стойки использован лабораторный штатив с зажимом.

Подготовка редуктора к работе выполняется непосредственно перед проведением анализа и (рекомендуется) на месте отбора пробы. При этом выполняются следующие операции.



1.

В химический стакан поместите гранулированный цинк (~ 85–90 г) и промойте его порцией раствора азотной кислоты 5% в объёме 30–50 мл (цинк должен быть покрыт раствором). Выдерживайте содержимое стакана в течение 3–5 мин, после чего слейте с цинка данный промывочный раствор (отработанный раствор подлежит утилизации). Далее добавьте к цинку раствор ртути (II) азотнокислой в объёме 60 мл (цинк должен быть покрыт раствором) и выдерживайте до образования на гранулах хорошо заметного слоя блестящей амальгамы (в течение около 15 мин).



2.

Перенесите амальгамированный цинк (примерно 85–90 г) в бюретку.

Амальгамированный цинк в бюретке промойте дважды дистиллированной водой, после чего заполните бюретку аммиачным раствором индигокармина.



Примечание. Редуктор заполняйте только свежеприготовленным аммиачным раствором индигокармина! В редукторе при прохождении аммиачного раствора индигокармина через слой амальгамированного цинка образуется восстановленная форма индигокармина — лейкоиндиго, окрашивающее раствор в золотисто-жёлтый цвет.



Образовавшийся в редукторе аммиачный раствор лейкоиндигокармина, имеющий золотисто-жёлтую окраску, должен быть использован свежеприготовленным.

Этап В. Отбор пробы для анализа

Отбор проб должен проводиться по правилам, описанным выше в рубрике «ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ». Перед отбором пробы убедитесь, что выполняются необходимые для данного определения условия:

- вода при отборе пробы должна иметь температуру не более 40 °С;
- истечение воды из наконечников должно быть спокойным, со скоростью 0,5–0,6 л/мин.

Пробы воды отбираются одновременно (параллельно) в две склянки с использованием тройника с резиновыми трубками (шлангами) и стеклянными наконечниками из состава изделия. Отберите 2 параллельных пробы воды из пробоотборной точки, используя тройник для отбора проб, через шланги со стеклянными наконечниками. Для этого штуцер пробоотборной точки оборудования соедините отрезком резиновой трубы с тройником, к которому подсоединены через резиновые шланги стеклянные наконечники (см. рисунок на с. 120). Отбор пробы продолжают до тех пор, пока вода не заполнит склянку и ведерко на 5–10 см выше верха склянки.

После этого, не прекращая поступления воды, осторожно вынимают наконечники из склянок и сразу же приступают к выполнению анализа на этапе С (отбор проб и выполнение анализа в данном определении должно идти последовательно).

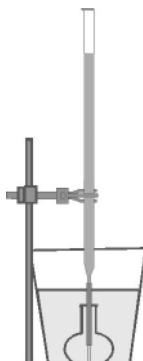


Отобранные пробы хранению не подлежат.

Анализ (введение реагентов) следует проводить сразу после отбора пробы на месте.

Этап С. Введение раствора лейкоиндигоармина и визуальное колориметрирование пробы

1.



Извлеките из склянки с отобранный пробой резиновую трубку с наконечником и введите в пробу из редуктора 1,5 мл аммиачного раствора лейкоиндигоармина, опуская наконечник редуктора в склянку на глубину 5–6 см.

П р и м е ч а н и е. Подготовка редуктора должна проводиться до отбора пробы воды. Для правильного определения кислорода вводите из редуктора в пробу аммиачный раствор лейкоиндигоармина под слоем воды (без контакта с воздухом)!

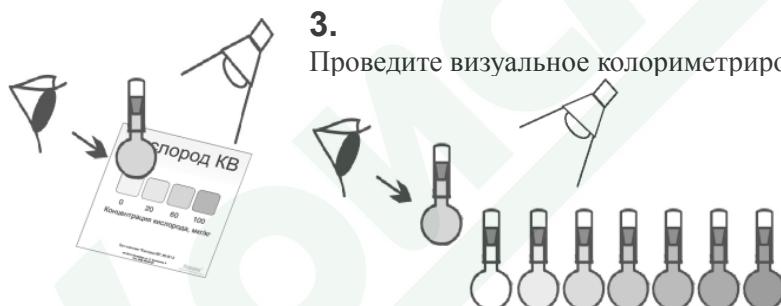


2.

Закройте склянку пробкой и стеклянным колпачком под слоем воды, содержимое склянки перемешайте.

3.

Проведите визуальное колориметрирование пробы.



Для этого сравните интенсивность окраски испытуемой пробы воды с окраской образцов шкалы растворов-имитаторов или цветной плёночной шкалы.

4.

Выберите наиболее близкий по окраске образец шкалы растворов-имитаторов или образец на контрольной плёночной шкале.

За результат анализа принимайте значение концентрации растворённого кислорода ($\text{мкг}/\text{кг}$), соответствующее ближайшему по окраске раствору шкалы имитаторов, либо образцу окраски на контрольной плёночной шкале.

Пример. Установлено, что окраска пробы котловой воды в склянке интенсивнее окраски, соответствующей образцу 20 $\text{мкг}/\text{кг}$, но слабее образца 60 $\text{мкг}/\text{кг}$ по цветовой пленочной шкале образцов окраски. Концентрацию растворённого кислорода в пробе считаем на уровне 40 $\text{мкг}/\text{кг}$.

10.8.2 Электрометрическое определение кислорода с применением кислородомера

В аналитической практике при эксплуатации теплоэнергетического оборудования, водоподготовке и в других производственных технологиях, оперирующих сведениями о значениях концентрации растворённого кислорода, широко применяются анализаторы растворённого в воде кислорода — кислородомеры. Это наиболее актуально при непрерывном измерении кислорода, однако целесообразно и при периодическом операционном аналитическом контроле.

Принцип работы кислородомеров основан на электрохимическом методе детектирования: в конструкции датчика прибора установлена селективная мембрана, пропускающая кислород из раствора к датчику. При попадании кислорода на датчик в цепи появляется электрический ток, пропорциональный содержанию кислорода в растворе. При помощи цифровых преобразователей прибора высчитываются показатели концентрации, которые преобразуются в стандартные выходные сигналы. Большинство современных приборов автоматически корректируют колебания температуры за счёт включения термочувствительных элементов в схему измерения.

Применение портативных кислородомеров хорошо подходит для экспресс-проверок и успешно сочетается с химическими методами контроля кислорода в теплоэнергетике (МУ 08-47/237). Такие устройства особенно актуальны во всех случаях, когда при выполнении поставленных задач необходима мобильность. При этом кислородомеры портативного типа не уступают по техническим характеристикам стационарным, в то же время демонстрируют отменную точность измерений и удобство в применении.

Основным рекомендуемым кислородомером в составе портативных лабораторий моделей ВХЭЛ является кислородомер МАРК-302Т с датчиком ДК-302Т.

Технические данные на кислородомер МАРК-302Т, порядок применения и обслуживания прибора — в соответствии с инструкцией предприятия-изготовителя.

Измерение кислорода в пробах воды выполняются по методике, указанной в сопроводительной документации к прибору, с характеристиками согласно паспортным данным на прибор.



10.9 Кремниевая кислота

Соединения кремния добавляются в воду для разнообразных технических и бытовых нужд, например, в составе моющих средств, ингибиторов коррозии, при кондиционировании воды и др. Вместе с тем, наличие кремния в воде даже в малых концентрациях (на уровне 0,1 ПДК для питьевой воды) может вызвать значительные проблемы для ряда отраслей, в первую очередь при эксплуатации котельного и турбинного оборудования.

Среди множества загрязняющих веществ в пароводяном цикле кремний в форме диоксида играет особую роль благодаря своей высокой растворимости в паре. Именно поэтому концентрацию кремния в котловой воде и паре определяют в пересчёте на диоксид кремния, и это закреплено в соответствующих нормативных документах. Высокие значения давления и температуры при рабочих режимах оборудования способствуют отложению кремнезёма на трубах котлов и теплообменников, а также лопаток паровых турбин в виде твёрдой массы. Эти отложения снижают эффективность теплообмена и способствуют износу оборудования, приводя к его преждевременному отказу и выходу из строя. Растворённые соединения кремния вредны для технологий в электронной промышленности, а коллоидный кремний нарушает работу установок обратного осмоса при очистке (деминерализации) воды.

Таким образом, несмотря на относительно малую значимость определения кремния в питьевой воде и при мониторинге состояния водоёмов, аналитический контроль кремния в воде имеет важное значение при водоочистке и водоподготовке во многих технических отраслях. Аналитический химический контроль соединений кремния включает анализ потоков как непосредственно в тепловых сетях и котловом оборудовании (приводится в настоящем подразделе), так и в природных водах, являющихся основным ресурсом для тепловых сетей и используемых в различных технологиях водоподготовки.

10.9.1 Колориметрическое определение кремнекислоты с молибдатом аммония в производственных водах (в пересчёте на SiO_2)

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Метод определения кремниевой кислоты является колориметрическим (ОСТ 34-70-953.6-88, МУ 08-47/227) и применяется для анализа: исходных вод, обработанных известково-коагулированным, ионитным или термическим способом; питательной воды и составляющих её конденсатов; производственных вод, циркулирующих в системе охлаждения, а также теплофикационных вод.

Определение основано на взаимодействии реакционноспособных растворённых соединений кремниевой кислоты с молибденовокислым аммонием с

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

образованием комплекса кремнемолибденовой гетерополикислоты, окрашенного в жёлтый цвет (жёлтого комплекса). При дальнейшей обработке жёлтого комплекса восстановителем — раствором хлористого олова образуется соединение, имеющее синюю окраску (синий комплекс). Применением такой обработки достигается повышение чувствительности определения.

Окрашенная проба колориметрируется визуально, с использованием цветовой контрольной шкалы образцов окраски, либо фотометрически, с использованием фотометров типа «Эксперт-003», «Экотест-2020» или аналогичного типа при длине волны светодиода 660–750 нм и кюветах с длиной поглощающего слоя 10–100 мм (в зависимости от требуемой чувствительности определения и применяемого фотометра).

Ввиду высокой растворимости в пароводяном цикле кремния в форме диоксида, концентрацию кремния в котловой воде и паре определяют в пересчёте на диоксид кремния (SiO_2). Определение содержания кремниевой кислоты (по SiO_2) в производственных водах проводится двумя вариантами (методами):

— по жёлтому кремнемолибденовому комплексу в исходной, теплофикационной, охлаждающей, известково-коагулированной, умягчённой натрий-кациированием воде, содержащей более 2,0 мг/л (мг/кг) кремниевой кислоты (метод А);

— по синему кремнемолибденовому комплексу в питательной воде и составляющих её конденсатах, в обессоленной воде, в конденсате пара и котловых водах, содержащих менее 2,0 мг/л (мг/кг) кремниевой кислоты (метод Б).

Объём пробы для анализа составляет 10 мл, продолжительность выполнения определения — не более 15 мин.

При фотометрическом определении необходимо пользоваться алгоритмом согласно используемой методике анализа.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ-3, тест-комплекта «Кремниевая кислота КВ».

Посуда, принадлежности: воронка лабораторная; склянки с метками «5 мл», «10 мл», «20 мл» и пробкой; палочка стеклянная; пипетки полимерные; стакан химический на 50 мл; цилиндр мерный на 50 мл;

Реагенты, растворы, материалы: аммиак водный 25%; аммоний молибденокислый (навески по 2,5 г); раствор молибдата аммония; раствор серной кислоты 5 моль/л; раствор хлористого олова в глицерине (раствор восстановителя); раствор щавелевой кислоты 5%; щавелевая кислота (навески по 2,5 г); фильтры «белая лента».

Контрольная цветовая шкала образцов окраски проб для визуального колориметрирования «Кремниевая кислота КВ 6–60» (0, 6, 20, 60 мг/л).

Контрольная цветовая шкала образцов окраски проб для визуального колориметрирования «Кремниевая кислота КВ 0,4–4,0» (0; 0,4; 1,0; 2,0; 4,0 мг/л).

При фотометрическом определении: фотометр «Эксперт-003», «Экотест-2020» или аналогичного типа, с кюветами 10–100 мм с длиной волны 400–750 нм.

ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб воды и пара должен проводиться в соответствии с п. 9 настоящего руководства.

Для отбора проб используются бутыли из полимерного материала. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора пробы.

Для отделения растворённых форм кремния от адсорбированных и взвешенных проводят фильтрование проб на месте отбора.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к проведению анализа по определению кремниевой кислоты включает приготовление растворов, имеющих ограниченные сроки годности и расходуемых при анализе.

Для приготовления растворов и проведения анализа необходима очищенная (обессоленная) вода для лабораторного анализа 1-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005, имеющая удельную электрическую проводимостью не более 0,1 мкСм/см. О приготовлении очищенной воды и обращении с посудой см. п. 6.2 и приложение 3.

Приготовление раствора молибдата аммония

Раствор молибдата аммония неустойчив при хранении, поэтому потребитель может самостоятельно приготовить раствор из навесок, имеющихся в составе изделия. Рекомендуется приготавливать растворы в количествах, не превышающих потребности в них с учётом срока годности.

Навеску (2,5 г) из капсулы перенесите в стакан, добавьте цилиндром 30 мл очищенной воды, перемешайте до полного растворения реактива (если соль растворяется медленно, раствор можно слегка подогреть), добавьте полимерной пипеткой 0,5 мл аммиака. Добавьте цилиндром 20 мл очищенной воды, перемешайте. При необходимости раствор отфильтруйте через бумажный фильтр «белая лента». Раствор молибдата аммония храните в соответствующем освободившемся флаконе либо в подходящей полиэтиленовой посуде с хорошо завинчивающейся крышкой.

Срок годности раствора — 1 месяц.



Приготовление раствора щавелевой кислоты 5%

Навеску (2,5 г) из флакона перенесите в стакан, добавьте цилиндром 50 мл очищенной воды и перемешайте до полного растворения реактива. Раствор щавелевой кислоты храните в соответствующем освободившемся флаконе либо в подходящей полиэтиленовой посуде с хорошо завинчивающейся крышкой. Срок годности раствора — 1 год. При появлении хлопьев рекомендуется приготовить свежий раствор.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

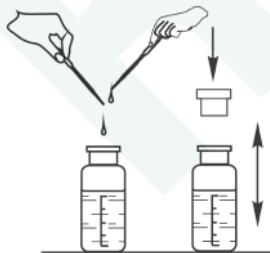
Метод А. Определение кремниевой кислоты по жёлтому комплексу (в концентрации свыше 2,0 мг/л)



1.

Отберите в мерную склянку анализируемую воду до метки «10 мл», предварительно ополоснув склянку 2–3 раза той же водой.

Примечание. При определении фотометрическим методом объём пробы следует отбирать в соответствии с используемой методикой измерений. При фотометрировании в кюветах с длиной оптического пути более 10 мм необходимо увеличивать анализируемую пробу до 25–50 мл при соответствующем увеличении дозируемых в пробу компонентов.



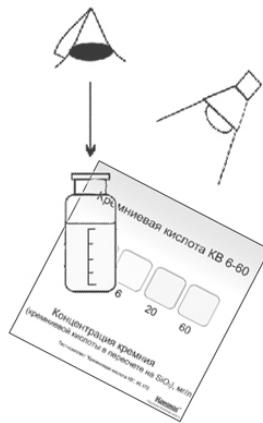
2.

Добавьте полимерными пипетками 1 мл раствора молибдата аммония и 6 капель раствора серной кислоты. Склянку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора.



**3.**

Оставьте склянку на 5 мин для полного протекания реакции.

**4.**

Проведите визуальное колориметрирование пробы. Для этого склянку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы и, освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы «Кремниевая кислота КВ 6–60» и соответствующее ему значение концентрации кремниевой кислоты в пересчёте на SiO_2 в мг/л (мг/кг).

Примечание. При получении результата анализа учтите разбавление пробы очищенной водой (если разбавление имело место), введя поправочный коэффициент. Например, при разбавлении пробы по объёму 1 : 3 (на 10 мл исследуемой воды добавили 30 мл очищенной воды) происходит разбавление в 4 раза. В данном случае значение концентрации, полученное по контрольной шкале, следует умножить на 4.

Пример. При проведении анализа визуально-колориметрическим способом определили, что окраска пробы котловой воды соответствует образцу окраски на контрольной шкале с концентрацией 2,0 мг/л. При этом пробы предварительно была разбавлена очищенной водой в 4 раза. Следовательно, концентрация кремниевой кислоты в пересчёте на SiO в исследуемой воде составляет $2,0 \times 4 \cong 8,0 \text{ мг/кг (мг/л)}$.

**5.**

При фотометрическом определении измерьте оптическую плотность окрашенной пробы при длине волны 400 нм в кюветах с длиной поглощающего слоя 50–100 мм (в зависимости от используемого фотометра и методики измерений) относительно очищенной воды. Рассчитайте массовую

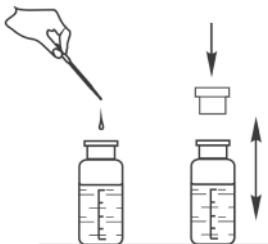
концентрацию кремниевой кислоты в пересчёте на SiO_2 в анализируемой воде ($C_{\text{КРК}}$, мг/кг) с помощью градуировочной характеристики, предварительно построенной согласно используемой методике измерений (ОСТ 34-70-953.6-88, МУ 08-47/227).

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

**Метод Б. Определение кремниевой кислоты по синему комплексу
(в концентрации менее 2,0 мг/л)**

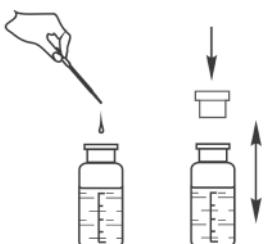
1.

Выполните операции по п. 1–3 метода А.



2.

Для устранения возможного влияния фосфатов добавьте к пробе полимерной пипеткой 1,5 мл (порциями по 0,5 мл) раствора щавелевой кислоты. После добавления каждой порции щавелевой кислоты склянку закрывайте пробкой и встряхивайте для перемешивания раствора.



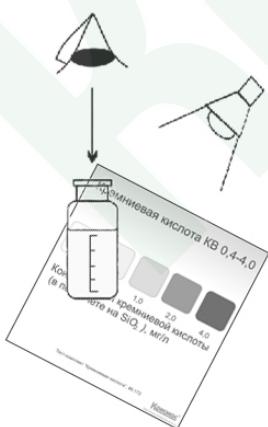
3.

Добавьте к пробе полимерной пипеткой 2–3 капли раствора-восстановителя. Склянку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора.



4.

Оставьте пробу на 5 мин для полного протекания реакции.
5 мин



5.

Проведите визуальное колориметрирование пробы. Для этого склянку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы и, освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы «Кремниевая кислота KB 0,4–4,0» и соответствующее ему значение концентрации кремниевой кислоты в пересчёте на SiO_2 в мг/л (мг/кг).



концентрацию кремниевой кислоты в пересчёте на SiO_2 в анализируемой воде ($C_{\text{КРК}}$, мг/кг) с помощью градуировочной характеристики, предварительно построенной согласно используемой методики измерений (ОСТ 34-70-953.6-88, МУ 08-47/227).

6.

При фотометрическом определении измерьте оптическую плотность окрашенной пробы при длине волны 660–750 нм в кюветах с длиной поглощающего слоя 50–100 мм (в зависимости от используемого фотометра и методики измерений) относительно очищенной воды. Рассчитайте массовую

10.10 Нефтепродукты

Нефтепродукты (НП) представляют собой чрезвычайно разнообразные продукты переработки нефти, применяемые в качестве видов топлива, смазочных масел, присадок и др. Загрязнение НП котлов, паровых систем, трубопроводов и другого оборудования, а также питательной воды происходит преимущественно вследствие утечек топлива и смазочных масел, в результате чего, в зависимости от количества попавших в воду НП и их состава, возможно образование стойкой пены. Вспенивание воды приводит к загрязнению пара и отложению увлечённых примесей на лопатках турбин и другом оборудовании, что нежелательно.

Являясь первоначальным ресурсным источником для применения в системах водоподготовки разнообразного оборудования, и в том числе для применения в котельном и другом оборудовании, производственные воды должны проходить аналитический химический контроль содержания НП.

При химическом контроле в ходе анализа НП определяют их суммарную концентрацию в растворённой, эмульгированной и сорбированной форме. Для объединения в анализируемой пробе НП, присутствующих в разных формах, а также для концентрирования НП в пробе проводят экстракцию неполярным растворителем — четырёххлористым углеродом.

В настоящем руководстве предлагается экстракционный бумажно-хроматографический метод определения НП в воде. Учитывая разнообразие соединений с различными свойствами в составе как сырой нефти, так и товарных НП, при использовании предложенного метода (также как и других методов определения НП) следует уточнять его работоспособность по образцу НП, вероятно, присутствующего в исследуемой воде.

10.10.1 Экстракционное бумажно-хроматографическое определение нефтепродуктов

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Данный метод определения НП является экстракционным бумажно-хроматографическим и позволяет анализировать разнообразные производственные воды — воды в процессах водоподготовки, воды энергетического оборудования (в том числе котловые воды), а также технологические воды различного вида. При анализе в качестве НП определяются неполярные и малополярные углеводороды, при этом определяется суммарное содержание алифатических, олефиновых, нафтеновых, ароматических соединений (за исключением легко- летучих НП), составляющих обычно основную и наиболее характерную часть

нефти и продуктов её переработки. Данным методом определяются также нефтяные масла.

Методика анализа включает предварительное концентрирование нефтепродуктов путём экстрагирования из водной среды неполярным растворителем — четырёххлористым углеродом в кислой среде при pH 2,0–2,5 с последующим анализом экстракта. Применяемый метод консервации проб и экстракции НП аналогичен ПНД Ф 14.1:2.189.

Анализ экстракта на содержание НП выполняется полуколичественным методом бумажной хроматографии, который основан на использовании различия коэффициентов распределения (сорбируемости) компонентов анализируемого раствора. Различные величины коэффициентов распределения обеспечивают разделение смеси на хроматографической полоске.

Значение массы НП в анализируемой пробе определяют по номограмме. В настоящем руководстве приведена номограмма, построенная аналитически по образцам масел типов М-14ДЦЛ20, М-14Г2ЦС. При анализе воды на содержание масел конкретного типа номограмму рекомендуется уточнить построением зависимости по образцам, вероятно, присутствующим в пробе.

Диапазон определяемых концентраций НП в воде — от 0,5 до 28 мг/л, продолжительность выполнения анализа — не более 4,5 ч, включая стадию экстракции пробы (1 ч).

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Анализ (включая этапы экстракции и определения) выполняется с использованием оборудования из состава тест-комплекта «Масла и нефтепродукты в воде».

Оборудование для отбора и экстракции проб: склянки для отбора и хранения проб со шлиф-пробкой (пробоотборники) на 250 и на 500 мл (склянки откалиброваны на полное заполнение); маркер; воронка делительная на 100 мл с пробкой; воронка делительная на 1 л с пробкой; склянка для хранения экстрактов с пробкой; пипетка градуированная на 5 мл; шприц-дозатор с соединительной трубкой; пипетка полимерная на 1 мл; бумага индикаторная универсальная; пинцет; стержень графитовый.

Примечание. Рекомендуется иметь дополнительные пробоотборники для отбора и хранения проб воды (для удобства при анализе большого количества проб).

Оборудование для анализа: стаканчик для хроматографирования; пипетка градуированная на 1 мл; полоски для хроматографирования (5 × 60 мм); шкала миллиметровая.

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

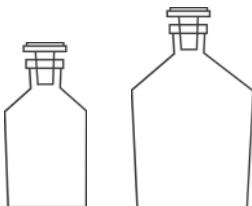
Раствор соляной кислоты (1 : 2); натрий сернокислый безводный (осушитель); углерод четырёххлористый (экстрагент).

Номограмма для определения массы НП в пробе, ламинированная.

Примечание. Для проведения анализа также необходимы (в состав изделия не входит) растворители для ополаскивания стеклянной лабораторной посуды типов нефрас марок С2-80/120 (БР-2), высший сорт, С3-80/120 (БР-1 «Галоша») и т. п.

ОТБОР ПРОБ

Отбор проб воды и пара должен проводиться в соответствии с п. 9 настоящего руководства.



Пробоотборники на 250 мл и 500 мл

Для отбора проб используйте стеклянные пробоотборники из состава изделия либо аналогичные склянки, откалиброванные при температуре воды 20 °C на 250 и 500 мл, с узкой горловиной и притёртой пробкой.

Перед отбором проб пробоотборники должны быть подготовлены. При подготовке пробоотборников их следует промыть водой и высушить, после чего ополоснуть растворителем нефрас марок С2 80-120 или С3 80-120. Растворителю надо дать максимально стечь, после чего пробоотборник высушить от его видимых следов.



При отборе проб соблюдайте следующие правила, влияющие на правильность результатов анализа:

- подготовленный пробоотборник перед заполнением анализируемой водой **не ополаскивайте**;
- при заполнении пробоотборника в него не должны попадать плёночные НП и твердые частицы, пропитанные НП;
- для анализа используйте **весь объём пробы**, поместившейся в пробоотборник при закрытой пробке, т. е. фактический объём, определённый при калибровке пробоотборника (указан на пробоотборнике);
- после отбора в пробоотборник пробы **не следует фильтровать** перед анализом.

Объём отбираемой пробы воды определяется чувствительностью используемого метода анализа и величиной ожидаемой концентрации НП в воде (табл. 14).

Таблица 14

Рекомендуемый объём пробы для анализа нефтепродуктов

Предполагаемая концентрация НП в воде, мг/л	Объём пробы, мл
0,5–2,0	750
2–10	500
10–28	250

При использовании имеющихся в составе изделий пробоотборников обеспечивается возможность отбора проб в объёме: 0,25 л — 2 пробы; 0,5 л — 3 пробы (2 пробы по 0,5 л и суммарный объём двух проб по 0,25 л); 0,75 л — 2 пробы (суммарный объём проб по 0,25 л и 0,50 л).

- Примечание.** 1. Указанные объёмы проб могут незначительно отличаться от указанных значений и определяются калиброванными объёмами соответствующих пробоотборников.
2. Указанные объёмы проб выбраны применительно к использованию делительной воронки на 1 л при последующем экстрагировании НП.

Если экстракция проб не выполняется в течение 3–4 ч после их отбора, следует провести консервацию проб для предотвращения биохимического окисления НП. Пробы консервируют, добавляя в пробоотборник 1,0 мл раствора серной кислоты 1 : 1 на каждые 500 мл пробы и экстрагент (не менее 2 мл на 0,5 л воды), после чего пробоотборник встряхивают в течение 2–3 мин. Законсервированные пробы хранят не более 5 суток при комнатной температуре и до 1 месяца при охлаждении до 2–5 °С. Количество добавленного экстрагента учитывают при проведении экстракции.

**ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ****A. Проведение экстракции**

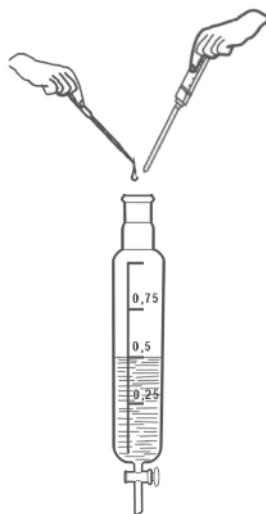
Экстракцию проводят в делительной воронке вместимостью 1 л.

1.

В воронку объёмом 1 л полностью перенесите анализируемую пробу воды из одного или нескольких калиброванных пробоотборников в соответствии с табл. 14.

- Примечания.** 1. С целью снижения потерь НП, сорбирующихся на внутренней поверхности пробоотборника, его следует ополоснуть порцией экстрагента, после чего количественно перенести её также в делительную воронку.
2. Во избежание протекания воронки при проведении экстракции следует в качестве смазки наносить на шлиф слой графита, по мере необходимости.



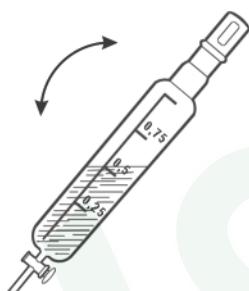
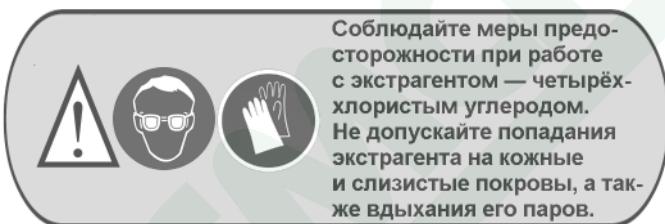


2.

Доведите pH пробы до 2, добавляя полимерной пипеткой раствор соляной кислоты 1 : 2. Значение pH контролируйте универсальной индикаторной бумагой.

3.

Добавьте градуированной пипеткой экстрагент. Общий объём экстрагента должен быть 10 мл с учётом добавленного при консервации проб и ополаскивании пробоотборника.



4.

Закройте воронку (сосуд) пробкой и интенсивно перемешивайте содержимое в течение 3–5 мин для проведения экстракции.

Примечание. Если экстракция проводится при температуре ниже 10 °C, смесь воды с экстрагентом необходимо встряхивать 10–15 мин.



5.

Воронку закройте пробкой и оставьте в вертикальном положении на 10–20 мин для отстаивания содержимого и расслоения жидкости.

Примечание. Обеспечьте устойчивое вертикальное положение делительной воронки при отстаивании содержимого.

**6.**

При недостаточном разделении слоёв жидкости нижний слой с небольшим количеством воды перенесите в делительную воронку на 100 мл для дальнейшего разделения.

Примечание. При хорошем разделении слоёв в делительной воронке на 1 л далее выполняйте операцию по п. 8.

**7.**

Оставьте воронку в **устойчивом** вертикальном положении на 10–20 мин для лучшего разделения слоёв.

10–20 мин

**8.**

Отделите экстракт от остатков воды, слив его в склянку для хранения экстракта. Склянку с готовым экстрактом плотно закройте пробкой.

Склянку с полученным экстрактом промаркируйте, записав дату и время его получения.

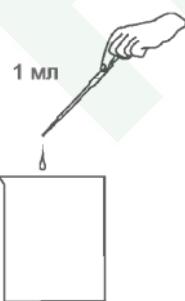
Примечание. Готовый экстракт должен быть прозрачным. При наличии мутности экстракта добавьте в склянку несколько крупинок осушителя.

Эстракты следует хранить в герметично закрытых склянках в вертикальном положении. Срок годности экстрактов — не более 5 суток при комнатной температуре и 1 месяц при охлаждении до 2–5 °C.

В. Анализ экстракта**1.**

Отберите из склянки с экстрактом градуированной стеклянной пипеткой 1,0 мл экстракта и перенесите в стаканчик для хроматографирования.

Примечание. При отборе из склянки экстракта необходимо исключить попадание воды в стаканчик для хроматографирования.



2.

Проведите хроматографирование. Для этого поместите в стаканчик с экстрактом полоску для хроматографирования под углом так, чтобы нижний конец полоски упирался в противоположную стенку стаканчика, а верхний край полоски выступал за край стаканчика на 2–3 мм (рис. 14 а).

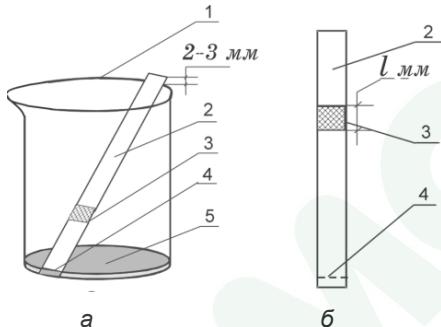


Рисунок 14. Хроматографирование при определении содержания нефтепродуктов методом бумажной хроматографии:

а — положение полоски в стаканчике при хроматографировании;

б — расположение пятна на полоске после хроматографирования.

1 — стаканчик; 2 — хроматографическая полоска; 3 — участок хроматографической полоски с пятном НП; 4 — граница погружения плоски; 5 — экстракт

Примечания. 1. Наклоны и тряска стаканчика при хроматографировании могут привести к неправильному результату при анализе.
2. Для повышения надёжности результатов целесообразно выполнить одновременно анализ двух проб воды, используя имеющееся в составе изделия оборудование. При этом следует обеспечивать одинаковые условия при хроматографировании экстракта (температуру, движение воздуха).

3.

Выдержите полоску в стаканчике до полного испарения растворителя. При наличии НП в анализируемой воде на полоске остаётся маслянистое пятно, видимое глазом при достаточном освещении.

Примечание. Продолжительность данной операции может достигать 3,5 ч при комнатной температуре и отсутствии ветра (сквозняков).

4.

Измерьте миллиметровой шкалой длину маслянистого пятна НП на полоске (l , рис. 14 б).

5.

Определите массу НП в пробе, используя номограмму (рис. 15).

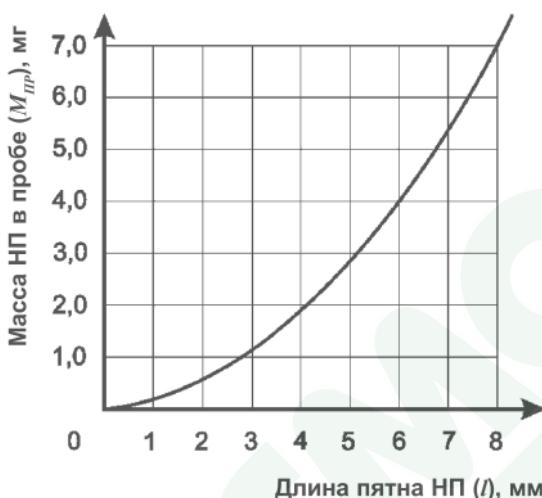


Рисунок 15. Номограмма для определения массы нефтепродукта в пробе воды в зависимости от длины пятна (*l*) при хроматографировании

Примечание. При анализе воды на содержание масел конкретного типа номограмму рекомендуется уточнить построением зависимости по образцам используемых НП.

Рассчитайте концентрацию НП в анализируемой воде (C_{NP} , мг/л) по формуле (14):

$$C_{NP} = \frac{M_{NP}}{V_{NP}}, \quad (14)$$

где M_{NP} — масса НП в пробе, определённая по номограмме (рис. 15), мг; V_{NP} — объём пробы воды, взятой на анализ с учётом табл. 15 (определяется как суммарный фактический объём использованных калиброванных пробоотборников), л.

Пример. На анализ взяли 0,50 л воды. После экстракции НП и анализа экстракта на полоске после испарения экстрагента осталось маслянистое пятно длиной $l = 4,0$ мм. По номограмме (рис. 15) находим соответствующую массу НП в пробе — 2 мг. Рассчитываем концентрацию НП в анализируемой воде:

$$C_{NP} = \frac{M_{NP}}{V_{NP}} = \frac{2}{0,5} = 4,0 \text{ мг/л}.$$

Следовательно, концентрация НП в анализируемой воде составляет 4,0 мг/л.

10.11 Нитраты

Аналитический химический контроль концентрации нитратов характерен для контроля производственных вод (вод котельных), обусловлен проведением нитратирования питательной или добавочной воды и осуществляется для защиты от межкристаллитной щелочной коррозии котельного металла. Нитраты обычно вводят в виде раствора нитрата натрия (NaNO_3) в химически обработанную воду (т. е. после водоподготовки), поэтому определение концентрации нитратов актуально для воды как в котельном оборудовании, так и в процессе водоподготовки.

10.11.1 Визуально-колориметрическое определение нитратов с восстановителем и реагентом Грисса

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Метод определения нитратов является визуально-колориметрическим (аналогичен РД 52.24.380-2017). Определение основано на предварительном восстановлении цинковой пылью нитрат-ионов до нитрит-иона. Далее образовавшийся нитрит-ион в кислой среде реагирует с реагентом Грисса (смесью винной, сульфаниловой кислот и α -нафтиламина). При этом протекают реакции диазотирования и азосочетания, в результате которых образуется азосоединение, имеющее красно-фиолетовую окраску.

Концентрация нитрат-иона в анализируемой воде определяется методом визуального сравнения окраски пробы с контрольной плёночной шкалой образцов окраски.

Диапазон определяемых концентраций нитрат-иона в воде составляет от 5 до 90 мг/л (мг/кг).

Объём пробы, необходимой для анализа составляет 3 мл, продолжительность выполнения анализа — не более 35 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ, тест-комплекта «Нитраты».

Посуда, принадлежности: ложка мерная; пробирки градуированные с пробками; склянки для колориметрирования с меткой «10 мл».

Реагенты, растворы, материалы: вода дистиллированная; порошок цинкового восстановителя⁹; реагент Грисса; нитрат аммония.

⁹ Используется смесь цинковой пыли и хлористого калия в соотношении 1 : 100.

Контрольная цветовая шкала образцов окраски проб для визуального колориметрирования «Нитрат-ион» (0, 5, 15, 45, 90 мг/л).

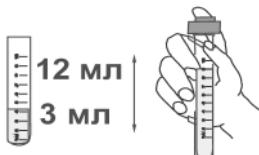
ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб воды и пара должен быть организован в соответствии с п. 9 настоящего руководства.

Для отбора проб используются бутыли из полимерного материала или стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб.

Ввиду биогенной активности нитратов в воде отобранные пробы без консервации должны быть проанализированы в течение 6 ч (в день отбора).

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



1.

Отберите 3,0 мл пробы в градуированную пробирку, предварительно ополоснув её анализируемой водой. Доведите объём дистиллированной водой до 12 мл, закройте пробкой, перемешайте.



2.

Добавьте к содержимому пробирки 1 мерную ложку (без горки) реактива Грисса.

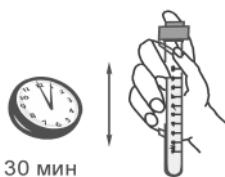


Излишки реактива снимите с ложки любым удобным способом (например, другой мерной ложкой). Закройте пробирку пробкой и встряхните для перемешивания раствора.



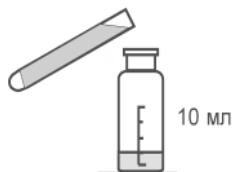
3.

Добавьте в пробирку 1 мерную ложку порошка восстановителя (без горки). Закройте пробирку пробкой и тщательно перемешайте.



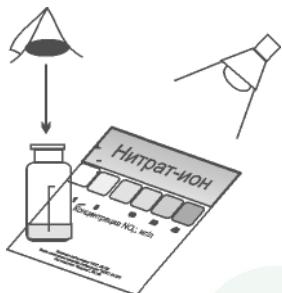
4.

Оставьте пробирку на 30 мин для полного развития окраски, периодически встряхивая содержимое пробирки.



5.

Перелейте раствор из пробирки в склянку для колориметрирования до метки «10 мл», стараясь не допустить попадания осадка в склянку.



6.

Проведите визуальное колориметрирование пробы. Для этого мерную склянку поместите на белое поле контрольной шкалы и, освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации нитрат-иона в воде в мг/л (мг/кг).

Примечание. Если при анализе пробы окраска раствора получается слишком интенсивная, проведите предварительное разбавление анализируемой пробы. Коэффициент разбавления учтите при определении концентрации нитрат-иона в пробе.

Пример. При анализе пробы котловой воды обнаружено, что интенсивность окраски пробы выше, чем верхнее значение контрольной шкалы (более 90 мг/л). Образец пробы разбавили в 4 раза в любой подходящей ёмкости. Отобрали в пробирку 3 мл разбавленной в 4 раза пробы. Добавили 9 мл дистиллированной воды, перемешали. Мерной ложкой добавили в пробирку реактив Грисса, другой ложкой — порошок восстановителя. Закрыв пробирку крышкой, встряхнули несколько раз. Через 30 мин сравнили окраску со шкалой. Определили, что окраска разбавленной пробы соответствует концентрации нитрат-иона 45 мг/л. Результат умножили на коэффициент разбавления пробы ($\times 4$). Определили, что в анализируемой пробе котловой воды содержится около 180 мг/л (мг/кг) нитрат-иона.

10.12 Нитриты

Соли азотистой кислоты (нитриты) обычно поступают в производственную воду с питательной водой. Их наличие в питательной воде вызывает интенсивные коррозионные процессы (нитритную коррозию), преимущественно кипятильных труб. Аналитический химический контроль нитритов проводится для предотвращения интенсивно протекающей нитритной коррозии в порядке планового водно-химического контроля по данному показателю и наряду с другими мероприятиями, предусматривающими обязательный контроль нитритов, в том числе в процессе водоподготовки.

10.12.1 Колориметрическое определение нитритов с реагентом Грисса

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Метод определения нитрит-ионов является колориметрическим. Определение основано на взаимодействии нитрит-иона в кислой среде с реагентом Грисса (смесью винной, сульфаниловой кислот и α -нафтиламина). При этом протекают реакции diazotирования и азосочетания, в результате которых образуется интенсивно окрашенный красно-фиолетовый азокраситель. Окрашенная проба колориметрируется визуально либо фотометрически. Данный метод предусмотрен МВИ-07-149, ОСТ 34-70-953.17-90, ПНД Ф14.1:2.3.

Концентрация нитрит-иона в анализируемой воде может определяться двумя способами:

1) визуально-колориметрическое (полуколичественное) определение — с использованием цветовой плёночной контрольной шкалы образцов окраски путем визуального сравнения окраски пробы с окраской образцов на контрольной шкале;

2) фотометрическое (количественное) определение — с использованием фотоэлектроколориметра типа «Экотест-2020» или аналогичного путём определения оптической плотности окрашенных проб при длине волны светодиода 525 нм и кювет с толщиной поглощающего слоя 10 мм по МВИ-07-149. Массовая концентрация нитрит-иона в этом случае определяется по предварительно построенной градуировочной характеристике. Линейность градуировочной характеристики наблюдается в диапазоне от 0,04 до 0,6 мг/л.

Примечание. Фотометрическое определение может проводиться также с применением фотометра другого типа (например, «Эксперт-003»).

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Диапазон определяемых концентраций нитрит-иона в воде:

1) при визуальном колориметрировании по контрольной шкале образцов окраски — от 0,02 до 2,0 мг/л и более. При концентрации нитрит-иона более 2,0 мг/л необходимо проводить разбавление пробы дистиллированной водой до концентраций, предусмотренных контрольной шкалой образцов окраски (при расчёте необходимо учитывать коэффициент разбавления);

2) при фотометрическом определении (МВИ-07-149) — от 0,04 до 0,6 мг/л.

Объём пробы для анализа составляет 5 мл, продолжительность выполнения анализа — не более 30 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ-3, тест-комплекта «Нитриты».

Посуда, принадлежности: пробирка колориметрическая с пробкой и меткой «5 мл»; штатив для пробирок.

Реагенты, растворы, материалы: реактив Грисса (в капсулах с навеской 0,04–0,05 г).

Контрольная цветовая шкала образцов окраски проб для визуального колориметрирования «Нитрит-ион» (0,0; 0,02; 0,1; 0,5; 2,0 мг/л).

При фотометрическом определении: фотометр «Экотест-2020» (525 нм) или аналогичного типа с кюветой 10 мм.

ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб воды и пара должен проводиться в соответствии с п. 9 настоящего руководства.

Для отбора проб используются бутыли из полимерного материала или из стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб.

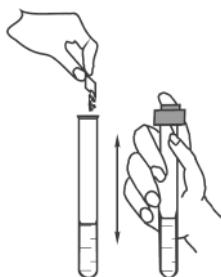
Ввиду биогенной активности нитритов в воде отобранные пробы без консервации должны быть проанализированы в течение 2 ч.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



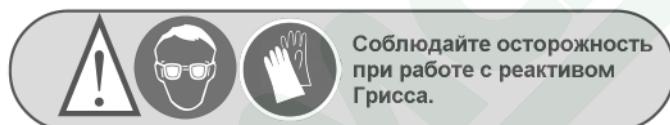
1.

Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой. Налейте в пробирку пробу воды до метки «5 мл».



2.

Добавьте в пробирку к пробе содержимое одной капсулы реактива Грисса.



3.

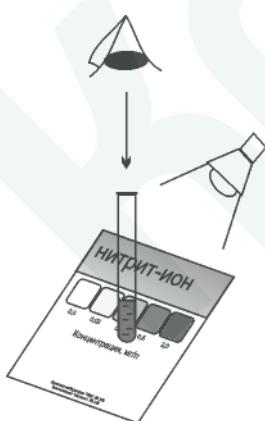
Закройте пробирку пробкой и перемешайте раствор в пробирке встряхиванием до растворения кристаллов реактива.



20 мин

4.

Пробирку с раствором оставьте на 20 мин до полного завершения реакции.



5.

Выполните колориметрирование пробы. При визуально-колориметрическом определении пробирку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы. Наблюдайте окраску раствора сверху вниз, освещая пробирку рассеянным белым светом достаточной интенсивности. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации нитрит-иона в мг/л (мг/кг).



6.

При фотометрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение её оптической плотности при длине волны 525 нм относительно холостой пробы.

Далее, с использованием градуировочной характеристики, заблаговременно построенной согласно МВИ-07-149, рассчитайте массовую концентрацию нитрит-иона в мг/л.

При использовании фотометра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики, значения массовой концентрации нитрит-иона автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотометре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

Пример. При проведении анализа определили, что окраска пробы котловой воды соответствует образцу окраски на контрольной шкале с концентрацией 0,1 мг/л. Следовательно, концентрация нитрит-иона в исследуемой воде составляет 0,1 мг/л (мг/кг).

10.13 Окисляемость перманганатная (перманганатный индекс)

Содержание органических примесей в технологиях водоподготовки и эксплуатации энергообъектов (котельного оборудования, тепловых сетей и т. п.) принято выражать значением перманганатной окисляемости (перманганатного индекса), которая является показателем химического потребления кислорода. Для питательной и подпиточной воды энергообъектов этот показатель непосредственно не нормируется, хотя косвенно присутствует в виде других нормируемых показателей — нефтепродуктов, масел и других соединений, извлекаемых органическими экстрагентами (четырёххлористым углеродом, эфиром), внося в них незначительный вклад. Требования по перманганатной окисляемости (не более 5 мгО/л) предъявляются к содержанию органических веществ в производственном конденсате.

Во многих процессах водоподготовки и ведения водно-химического режима определение перманганатной окисляемости позволяет прогнозировать стабильность технологических параметров, таких как образование железонакипных отложений в котле. Увеличение значений окисляемости в питательной воде котлов может служить сигналом загрязнения воды топливом, маслами, продуктами производства и др. Попадание в котельные воды большого количества органических загрязнений может привести к бурному вспениванию воды, ухудшению качества пара, отложениям на теплопередающих поверхностях котла и др.

Разложение органических веществ при нагревании воды в котлах вызывает образование угольной кислоты, что понижает pH и приводит к увеличению скорости углекислотной коррозии в воде, влажном паре и конденсате. Присутствующие органические вещества также могут уменьшать карбонатные отложения в котлах и теплообменниках. Таким образом, определение перманганатной окисляемости является составной частью аналитического химического контроля.

10.13.1 Титриметрическое определение перманганатной окисляемости методом Кубеля

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Определение перманганатной окисляемости (перманганатного индекса) проводится титриметрическим методом, известным как метод Кубеля. Определение данного вида химического потребления кислорода (ХПК) основано на окислении присутствующих в пробе органических веществ известным

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

количеством раствора перманганата калия с концентрацией 0,01 моль/л экв. при кипячении в сернокислой среде в течение 10 мин. Не вступивший в реакцию перманганат калия восстанавливают щавелевой кислотой. Избыток щавелевой кислоты оттитровывают раствором перманганата калия. Данный метод получил широкое распространение в силу своей относительной простоты. Приводимая ниже методика анализа соответствует ПНДФ 14.1:2:4.154 и адаптирована к объёму пробы 50 мл.

Мешающее влияние при определении данного вида ХПК оказывает хлорид-ион при концентрации в пробе более 300 мг/л. Помимо хлоридов, определению могут мешать также нитрит, сульфиды (сероводород) и железо (II), однако для незагрязнённых вод их влияние также незначимо.

Диапазон определяемых методом Кубеля значений перманганатной окисляемости — от 0,5 до 10,0 мг/л. Пробы с величиной окисляемости более 10 мг/л перед анализом необходимо разбавлять (максимальная кратность разбавления проб — 10). В случае разбавления пробы в 10 раз диапазон определяемых методом Кубеля концентраций составляет от 10 до 100 мг/л.

Объём анализируемой пробы составляет 50 мл, продолжительность анализа — не более 20 мин, включая нагревание проб.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ-3, тест-комплекта «Окисляемость перманганатная».

Посуда и принадлежности: воронка; кипелки; колба коническая плоскодонная на 100 мл; пипетка градуированная для титрования на 5 и 10 мл; шприц-дозатор с соединительной трубкой; пипетка полимерная; стойка-штатив для титрования; флакон для раствора щавелевой кислоты 0,01 моль/л экв.; цилиндр мерный на 50 мл.

Реагенты и растворы: раствор кислоты серной 1 : 3; кислота щавелевая стандарт-титр 0,1 моль/л экв.; перманганат калия стандарт-титр 0,1 моль/л экв.; раствор перманганата калия основной 0,1 моль/л экв.; раствор перманганата калия рабочий 0,01 моль/л экв.; раствор щавелевой кислоты 0,1 моль/л экв.

При подготовке к анализу требуется дистиллированная вода, мерные колбы на 100 и 1000 мл, термостойкий стеклянный стакан на 1–2 л (в состав изделия не входят).

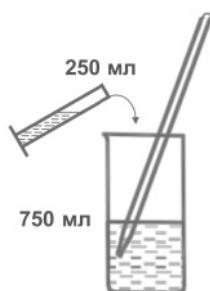
Для выполнения определения также необходима электроплитка с закрытым нагревательным элементом и регулятором нагрева либо кипящая водяная баня с устройством для крепления колб (в состав изделия не входит).

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

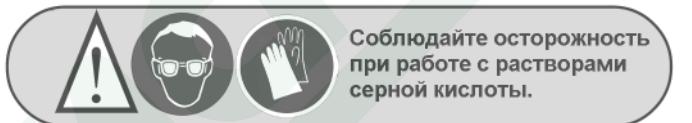
Подготовка к анализу состоит в приготовлении раствора серной кислоты 1 : 15 (применяется для приготовления основного и рабочего раствора щавелевой кислоты), а также основного и рабочего раствора перманганата калия при истечении срока годности или израсходовании.

При приготовлении данных растворов требуется дистиллированная вода, мерные колбы на 100 и 1000 мл, термостойкий стеклянный стакан на 1–2 л (в состав изделия не входят)¹⁰.

Приготовление раствора серной кислоты 1 : 15



В термостойкий стеклянный стакан поместите 750 мл дистиллированной воды. К воде медленно, при постоянном перемешивании, добавляйте 250 мл серной кислоты 1 : 3.



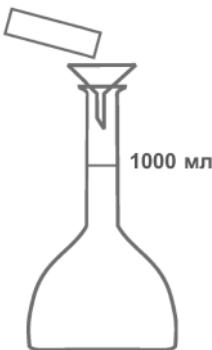
К полученному раствору в стакане полимерной пипеткой по каплям добавляйте при перемешивании раствор перманганата калия с концентрацией 0,01 моль/л экв. до стабильного бледно-розового оттенка.

Приготовленный раствор поместите в подходящую стеклянную посуду с пробкой. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке.

Срок годности раствора — 1 год при условии хранения в герметичной стеклянной посуде в затемнённом месте.

¹⁰ Рекомендуется использование набора посуды многофункционального (приложение 4).

Приготовление основного раствора перманганата калия 0,1 моль/л экв.



При израсходовании имеющегося в составе изделия основного раствора перманганата калия 0,1 моль/л экв. приготовьте новый раствор из стандарт-титра перманганата калия. Для его приготовления содержимое флякона стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу на 1000 мл и растворите в дистиллированной воде. Доведите объём раствора до метки дистиллированной водой и перемешайте. Раствор можно применять не ранее чем через 2–3 недели. Готовым раствором заполните соответствующий освободившийся флякон из состава изделия, оставшийся раствор перелейте в подходящую посуду из тёмного стекла и герметично закройте. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке. Срок годности раствора — 6 месяцев при условии хранения в затемнённом месте.

Приготовление рабочего раствора перманганата калия 0,01 моль/л экв.



10 мл основного раствора перманганата калия 0,1 моль/л экв. градуированной пипеткой поместите в мерную колбу на 100 мл, доведите объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешайте. Готовым раствором заполните соответствующий освободившийся флякон из состава изделия. Флякон герметично закройте. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке. Срок годности раствора — 3 месяца при условии хранения в тёмном месте.

Примечание. Для выполнения точных анализов необходимо установить поправочный коэффициент приготовленного рабочего раствора перманганата.

Установление поправочного коэффициента рабочего раствора перманганата калия 0,01 моль/л экв.

Поправочный коэффициент раствора устанавливают в день проведения анализа.

В коническую колбу налейте 50 мл дистиллированной воды, прибавьте 10,0 мл стандартного раствора щавелевой кислоты 0,01 моль/л экв. и 5,0 мл раствора серной кислоты 1 : 3. Смесь нагрейте до кипения на плите с закры-

той спиралью, слегка охладите до 80–90 °С и титруйте рабочим раствором перманганата калия 0,01 моль/л экв. до слабо-розовой окраски. Поправочный коэффициент (K) для приведения концентрации раствора перманганата калия точно к 0,01 моль/л экв. рассчитайте по формуле (15):

$$K = \frac{10}{V}, \quad (15)$$

где 10 — объём раствора щавелевой кислоты 0,01 моль/л экв., взятый для титрования, мл;

V — объём раствора перманганата калия 0,01 моль/л экв., израсходованный на титрование 10 мл щавелевой кислоты, мл.

Если поправочный коэффициент раствора отличается от 1 менее, чем на $\pm 0,005$, то считайте его равным 1.

Приготовление основного раствора щавелевой кислоты 0,1 моль/л экв.



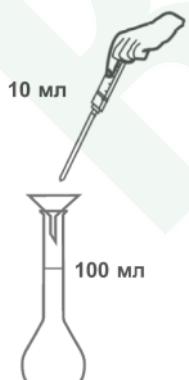
При израсходовании основного раствора щавелевой кислоты 0,1 моль/л экв. приготовьте новый раствор из имеющегося в составе изделия стандарт-титра.

Для этого содержимое ампулы стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу на 1000 мл и растворите в растворе серной кислоты 1 : 15.

Доведите объём раствора до метки тем же раствором, перемешайте, закройте. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке.

Срок годности раствора — 6 месяцев при хранении в тёмном месте.

Приготовление рабочего раствора щавелевой кислоты 0,01 моль/л экв.



Поместите 10 мл основного раствора щавелевой кислоты 0,1 моль/л экв. с применением градуированной пипетки в мерную колбу вместимостью 100 мл и доведите объём до метки раствором серной кислоты 1 : 15, перемешайте.

Готовым раствором заполните соответствующий флакон из состава изделия. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке.

Срок годности раствора — 2 недели.

ОТБОР ПРОБ

Отбор проб воды и пара должен проводиться в соответствии с п. 9 настоящего руководства.

Для отбора проб при анализе перманганатной окисляемости используются пробоотборники (бутыли) из стекла или полимерного материала.

Независимо от того, будет ли проба храниться перед анализом или нет, для предотвращения биохимического окисления органических соединений пробу необходимо подкислить до $\text{pH} < 2$, для чего на 50 мл воды добавляют 2,5 мл раствора.



Соблюдайте осторожность при работе с растворами серной кислоты.

Данная операция подкисления пробы является неотъемлемой частью анализа и предусмотрена при описании выполнения определения.

Максимальный рекомендуемый срок хранения проб зависит от способа консервации пробы. При использовании стеклянных бутылей максимальный срок хранения подкисленной пробы составляет двое суток при условии её охлаждения до 2–5 °C и хранения в тёмном месте. При отборе проб в полимерные бутыли подкисленные пробы допускается хранить до 1 месяца при условии замораживания до минус 20 °C. Перед взятием части пробы на анализ склянки с пробами встряхивают для перемешивания.

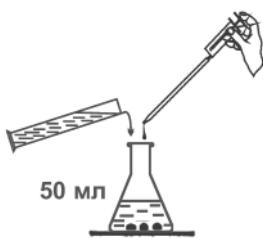
Пробы с высоким ожидаемым значением перманганатной окисляемости разбавляют до значений, находящихся в диапазоне 0,5–10 мг/л.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



Непосредственно перед выполнением определения обратите внимание на операции, которые должны быть выполнены заблаговременно для обеспечения успешности и правильности определения.

- Вся посуда (колбы, цилиндр, пробирки и т. п.), используемые при определении, должны быть тщательно вымыты и высушены.
- Пробы с высоким ожидаемым значением перманганатной окисляемости разбавляются дистиллированной водой до значений, находящихся в диапазоне 0,5–10 мг/л.
- Перед анализом следует подготовить к работе кипящую водяную баню с устройством для крепления колб.
- При выполнении определения предполагается, что при отборе проб выполнено их подкисление. Если это не было сделано, проведите их подкисление, как описано ниже в п. 1 определения.

1.

Ополосните коническую колбу несколько раз анализируемой водой. Поместите в колбу несколько кипелок. Добавьте цилиндром 50 мл анализируемой пробы воды и проведите подкисление пробы, для чего градуированной пипеткой добавьте раствор серной кислоты 1 : 3 в количестве 2,5 мл.

Примечание. Если подкисление пробы уже выполнено, то повторять его не следует.

2.

Туда же градуированной пипеткой добавьте 5,0 мл раствора перманганата калия 0,01 моль/л экв.

3.

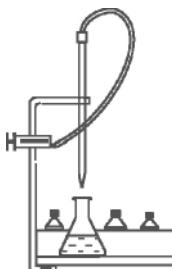
Перемешайте содержимое колбы круговыми движениями.

**4.**

Накройте колбу стеклянной воронкой для уменьшения испарения и поместите колбу на электрическую плитку. Нагрейте смесь до кипения и кипятите в течение 10 мин. Затем снимите колбу с плитки и дайте раствору немного остить до 80–90 °C.

**5.**

Далее к горячему раствору градуированной пипеткой при перемешивании добавьте 5,0 мл рабочего раствора щавелевой кислоты 0,01 моль/л экв. и дождитесь обесцвечивания раствора.



6.

Титруйте горячий обесцвеченный раствор с использованием градуированной пипетки рабочим раствором перманганата калия на белом фоне до бледно-розового оттенка, сохраняющегося не менее 30 с.



Исходный
объём
Конечный
объём

7.

Определите израсходованное при титровании количество раствора перманганата калия с точностью до 0,05 мл (V_1 , мл).

- Примечания.** 1. Температура смеси при горячем титровании не должна быть ниже 80 °С. Для этого колбу рекомендуется периодически опускать в кипящую водяную баню для подогревания.
2. Если раствор при кипячении обесцвектился или побурел, определение необходимо повторить с разбавленной пробой. Определение повторяют и в том случае, если раствора перманганата расходуется более 60% от добавленного количества, т. е. более 3 мл на 50 мл пробы. При титровании разбавленных проб должно быть израсходовано не менее 20% от добавленного количества перманганата, т. е. не менее 1 мл.

Холостой
опыт

8.

Выполните холостой опыт, повторяя операции 1–7, используя вместо пробы 50 мл дистиллированной воды. При титровании в холостом опыте аналогично определите количество раствора перманганата (V_x). Расход раствора перманганата 0,01 моль/л экв. не должен превышать 0,3 мл.

9.

Рассчитайте значение перманганатной окисляемости (перманганатный индекс) по Кубелю (I_{Mn}) в мг/л по формуле (16):

$$I_{Mn} = \frac{(V_I - V_X) \times 0,01 \times K \times 8 \times 1000}{V_{PP}} = (V_I - V_X) \times 1,6 \quad (16)$$

где V_I и V_X — количество рабочего раствора перманганата с концентрацией 0,01 моль/л экв., израсходованное на титрование пробы и в холостом опыте соответственно, мл;

8 — молярная масса эквивалента кислорода, г/моль;

0,01 — концентрация рабочего раствора перманганата калия, моль/л экв.;

K — поправочный коэффициент для концентрации рабочего раствора перманганата (принимается равным 1 либо определяется по результатам установления его значения, см. «Подготовка к анализу»);

1000 — коэффициент пересчёта из граммов в миллиграммы;

V_{PP} — объём пробы, взятой на анализ (50 мл).

Результат анализа округлите: при значениях перманганатной окисляемости менее 10 мг/л — до десятых долей; от 10 до 100 мг/л — до целого числа.

Пример расчёта. При определении перманганатной окисляемости пробы воды объёмом 50 мл на титрование израсходовано $V_I = 3,0$ мл рабочего раствора перманганата с концентрацией 0,01 моль/л экв. На титрование 50 мл дистиллированной воды того же раствора в холостом опыте израсходовано $V_X = 0,15$ мл. Поправочный коэффициент для концентрации раствора перманганата принят равным 1. Значение перманганатной окисляемости пробы составляет:

$$I_{Mn} = \frac{(3,0 - 0,15) \times 1 \times 80}{50} = 4,56 \approx 4,6 \text{ мг/л.}$$

10.14 Прозрачность и мутность

Прозрачность и связанная с нею мутность воды являются важнейшими показателями, с оценки которых начинается аналитический химический контроль воды во всех сферах её использования. Вода бесцветная, прозрачная, без видимых нерастворимых включений (взвесей) и следов пенообразующих веществ, соответствующая нормативным требованиям, позволяет рассчитывать на отсутствие в котле и другом котельном оборудовании активных процессов шламообразования. С другой стороны, наличие несоответствий по внешнему виду воды или низкое значение прозрачности, напротив, требует принятия немедленных мер по более глубокому химическому контролю, проведению оценки пригодности исходной воды или технологий водоподготовки для используемого оборудования, выведения оборудования на стабильный режим, обеспечивающий безаварийную эксплуатацию.

10.14.1 Визуальное определение прозрачности по шрифту с определением мутности по номограмме

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Метод позволяет проводить визуальное определение прозрачности по шрифту с применением стеклянного цилиндра для определения прозрачности и мутности расчётно-графическим методом по номограмме. Используемые методы реализованы на основе требований ОСТ 34-70-953.27-99, ПНД Ф 12.16.1-10, РД 24.031.120-91, ИСО 7027 и др.

Определение проводится в два этапа. На первом этапе непосредственно определяется прозрачность воды путём измерения максимальной высоты водяного столба в стеклянном цилиндре, сквозь который уже можно визуально различить образец чёрного шрифта высотой 3,5 мм, шириной линии 0,35 мм.

Прозрачность столба предварительно тщательно перемешанной пробы воды даёт возможность приблизённо оценить содержание в ней взвешенных веществ.

На втором этапе, исходя из определённого при анализе значения прозрачности воды, по номограмме определяется значение мутности в единицах мутности воды по формазину (ЕМФ) или каолину (мг/л).

Объём пробы для анализа составляет 300–350 мл, продолжительность выполнения анализа — не более 5 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава ВХЭЛ, тест-комплекта «Прозрачность и мутность».

Оборудование, посуда, принадлежности: номограмма для определения мутности; образец шрифта ламинированный (высота 3,5 мм, ширина линии 0,35 мм); стойка-штатив для цилиндра; трубка полимерная со шприцем-дозатором; цилиндр стеклянный для определения прозрачности ($l = 600 \pm 10$ мм; $d = 25 \pm 1$ мм), градуированный делениями по 1 см; экран для цилиндра светонепроницаемый.

ОТБОР ПРОБ

Отбор проб воды должен проводиться в соответствии с п. 9 настоящего руководства.

Для отбора проб используются бутили из полимерного материала или из стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



1.

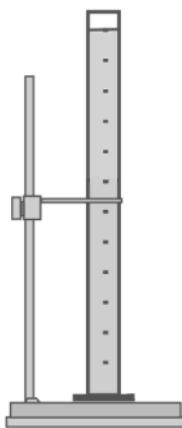
Поместите образец шрифта на горизонтальную поверхность. Установите цилиндр в вертикальном положении на образец шрифта.

Примечание. Для устойчивости цилиндр для определения прозрачности закрепите в специальной стойке-штативе.

2.

Наденьте на цилиндр светонепроницаемый экран. Приподнимите экран снизу на 1–2 см для чёткой видимости шрифта при взгляде сверху через отверстие цилиндра.

Примечание. Обеспечьте достаточное освещение для наилучшей видимости шрифта.



3.

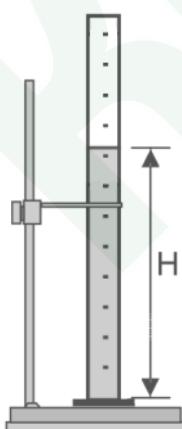
Перемешайте тщательно пробу воды и заполните ею цилиндр до уровня 60 см (~ 300 мл).

П р и м е ч а н и е. При необходимости снимите экран с цилиндра или опустите его ниже верхнего края цилиндра.



4.

Понижайте уровень водяного столба, постепенно отбирая воду полимерной трубкой со щприцем-дозатором до тех пор, пока не станет видимым (читаемым) шрифт на образце.



5.

Снимите экран с цилиндра для видимости положения уровня воды, после чего определите по делениям на градуированном цилиндре значение прозрачности как высоту водяного столба (H) с точностью до 1 см.

7.

Используя полученное значение прозрачности пробы Н (см), определите мутность пробы воды по формазину (ЕМФ) или каолину (мг/л) с использованием номограммы (рис. 16).

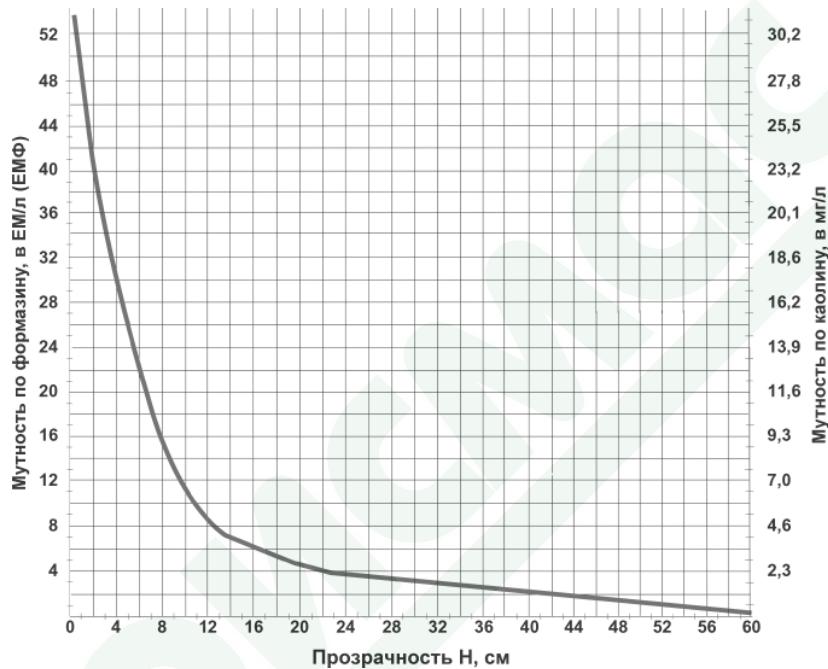


Рисунок 16. Номограмма для определения значений мутности пробы воды по формазину (ЕМФ) или по каолину (мг/л)

Пример. При проведении анализа пробы воды определили, что максимальная высота водяного столба Н (прозрачность), при взгляде сквозь который различим образец шрифта, составила 42 см. Пользуясь номограммой, определили соответствующее значение мутности, равное 1,2 мг/л по каолину или 2,0 ЕМФ по формазину (ЕМФ).

10.15 Сульфаты и кислотность

Сульфаты, также как и хлориды, присутствуют практически во всех природных водах вследствие высокой растворимости соответствующих солей. В первую очередь это характерно для солей со щелочными и щелочноземельными металлами. Растворимые сульфаты и хлориды кальция и магния составляют отдельный показатель — некарбонатную жёсткость. Содержащие сульфаты и хлориды воды способны вызвать осаждение солей на стенках котельного оборудования, и по этой причине подлежат обязательному аналитическому химическому контролю как в тепловых сетях, так и при проведении водоподготовки.

Сульфаты вызывают отложение осадков в трубопроводах при смешении вод с разным минеральным составом, например, сульфатных и кальциевых, при этом в осадок выпадает сульфат кальция. При совместном присутствии в подогреваемой или испаряемой воде щелочноземельных катионов (кальция и магния) и таких анионов, как карбонат, сульфат и силикат, на котельном оборудовании могут образоваться отложения, содержащие различные нерастворимые и труднорастворимые соли этих катионов и анионов.

Для определения концентрации сульфатов в настоящем руководстве предусмотрен приближённый расчётный метод по РД 24.031.120-91, требующий, в свою очередь, аналитического определения хлоридов и кислотности Н-катионированной воды. Оба приведённых метода обеспечены комплектами портативного оборудования.

10.15.1 Определение приближённого значения концентрации сульфатов (расчётный метод)

Определение приближённого значения концентрации сульфатов актуально для сетевой и подпиточной воды, что предусмотрено РД 24.031.120-91. Данный показатель используется для определения величины допустимой условной сульфатно-кальциевой жёсткости, которая находится расчётно-графическим методом по номограмме (п. 10.7).

Определение искомого параметра данным методом проводится совместно с определением концентрации хлоридов по п. 10.20, а также имея данные титриметрического определения кислотности Н-катионированной воды (определение приведено в п. 10.15.2). Расчёт приблизительного значения концентрации сульфатов основан на том, что при Н-катионитной обработке анализируемой воды (пропускании её через Н-катионитный фильтр) образующийся фильтрат

имеет кислотность K , примерно соответствующую суммарному содержанию в ней сульфатов и хлоридов. Вычитая из найденного значения кислотности K эквивалентную концентрацию хлорид-иона, предварительно определённую по п. 10.20, находят приближённое значение концентрации сульфатов SO_4^{2-} , необходимое для расчёто-графического определения условной сульфатно-кальциевой жёсткости.

Расчёт приближённой концентрации сульфатов C_C (в ммоль/кг экв.) проводите по формуле (17):

$$C_C = K - \frac{C_{ХЛ}}{35,5}, \quad (17)$$

где K — кислотность, анализируемой воды, прошедшей Н-катионирование, определённая по п. 10.15.2, ммоль/кг экв.;

$C_{ХЛ}$ — концентрация хлоридов в анализируемой воде, определённая по п. 10.20, мг/кг;

35,5 — эквивалентная масса хлорид-иона, г/моль.

10.15.2 Титриметрическое определение кислотности воды после Н-катионирования

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ-3. Рекомендуется использование набора для приготовления очищенной воды «Набор ВХА», № заказа 6.173 (см. приложение 3).

Посуда, принадлежности, оборудование: лабораторный Н-катионитный фильтр (при отсутствии технологической линии катионирования воды); градуированные пипетки для титрования вместимостью 2 и 10 мл; колба коническая для титрования на 250 мл; колба мерная вместимостью 1000 мл; пипетки полимерные; соединительная трубка (сифон); стойка-штатив; шприц-дозатор вместимостью 10 мл.

Примечание. Колба мерная вместимостью 1000 мл в состав изделия не входит.

Реагенты, растворы, материалы: анализируемая вода, пропущенная через Н-катионитный фильтр; вода дистиллированная (дистиллят, конденсат); катионит КУ-2-8ЧС (Н-форма); раствор гидроксида натрия 0,1 моль/л; раствор смешанного индикатора; стандарт-титр гидроксида натрия 0,1 моль/л.

Примечание. Анализируемая вода, пропущенная через Н-катионитный фильтр, может быть также получена с применением катионитных фильтров из состава установленного производственного оборудования.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к анализу состоит в подготовке лабораторного Н-катионитного фильтра, а также приготовлении раствора гидроксида натрия 0,1 моль/л по истечении срока его годности или израсходовании.

Подготовка лабораторного Н-катионитного фильтра



Подготовка сорбента. Сорбент — катионит КУ-2-8ЧС (Н-форма) загрузите в подходящую по объёму ёмкость и промойте (методом декантации) дистиллированной водой или конденсатом до прозрачных промывных вод и значения кислотности промывных вод не выше 0,1 ммоль/л экв. по смешанному индикатору (см. ниже «Выполнение определения», пп. 1–4).

Подготовка ионообменной колонки. Заполните ионообменную колонку промытым влажным катионитом КУ-2-8ЧС на 3/4–4/5 её объёма в соответствии с руководством по эксплуатации колонки.

Примечание. Загрузку катионита ведите в наполненную дистиллированной водой или конденсатом колонку по мере заполнения, сливая излишек воды через отверстие в нижней пробке. Такой способ загрузки гарантирует защиту от появления воздушных пузырьков в слое сорбента.

Далее установите заполненную колонку вертикально (в лабораторный штатив, на монтажную стойку, металлический профиль, стенку и т. п.) с помощью предварительно подобранныго соответствующего крепежа. Высоту размещения колонки определите из удобства эксплуатации и технического обслуживания.

Примечание. Комплект крепежа изделия входит в состав набора ВХА.

Приготовление раствора гидроксида натрия 0,1 моль/л

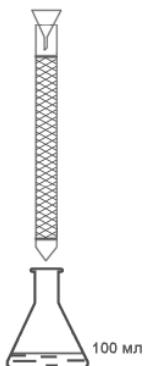
При израсходовании раствора гидроксида натрия 0,1 моль/л или по истечении срока годности потребитель готовит новый раствор из имеющегося в составе изделия стандарт-титра гидроксида натрия 0,1 моль/л.

Для приготовления раствора гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/л содержимое ампулы стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу вместимостью 1000 мл, добавьте 300–400 мл дистиллированной воды, перемешайте раствор. Затем объём жидкости в колбе доведите до метки и тщательно перемешайте раствор.

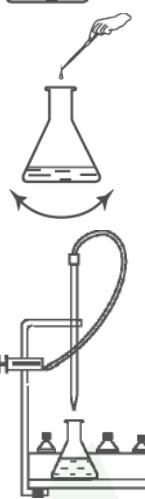
Раствор гидроксида натрия перелейте в освободившийся флакон из-под того же раствора, остаток приготовленного раствора храните в герметично закрытом флаконе из полимерного материала. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке. Срок годности раствора гидроксида натрия 0,1 моль/л — 3 месяца.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ**1.**

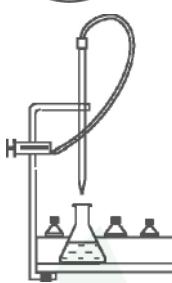
Через подготовленный Н-катионитный фильтр пропустите 200 мл анализируемой воды. Спустите в дренаж (отбросьте) первые 50 мл, далее отберите 100 мл очищенной воды в коническая колбу на 250 мл.

**2.**

Добавьте в колбу, содержащую 100 мл очищенной воды, полимерной пипеткой 2 капли раствора смешанного индикатора, содержимое колбы перемешайте круговыми движениями.

**3.**

Титруйте пробу с помощью градуированной пипетки раствором гидроксида натрия 0,1 моль/л до отчётливого перехода окраски раствора из фиолетовой в зелёную.

**4.**

Кислотность K (в ммоль/кг экв.) рассчитайте по формуле (18):

$$K = \frac{V_{\text{NaOH}} \times H \times 1000}{V_{\text{пр}}} = \frac{V_{\text{NaOH}} \times 0,1 \times 1000}{100} = V_{\text{NaOH}}, \quad (18)$$

где V_{NaOH} — объём раствора гидроксида натрия 0,1 моль/л, израсходованный на титрование, мл;

H — концентрация раствора гидроксида натрия, 0,1 моль/л;

$V_{\text{пр}}$ — объём пробы воды, взятой на анализ, 100 мл;

1000 — коэффициент пересчёта единиц измерения из моль в миллимоль.

Таким образом, значение кислотности K в данном расчёте численно равно объёму раствора гидроксида натрия 0,1 моль/л в миллилитрах, израсходованному на титрование 100 мл пробы.

10.16 Сульфиты

Химический метод связывания кислорода (химическое обескислороживание) проводится для воды в схеме котельного оборудования и в первую очередь для питательной воды. Такое обескислороживание проводится в дополнение к термической деаэрации и предполагает использование соединений, безопасных для оборудования в коррозионном отношении. При химическом взаимодействии происходит полное связывание остатков растворённого кислорода, и также улавливание «проскоков» кислорода, возникающих в результате отклонения от нормальной работы термических деаэраторов. Дозирование в питательную воду реагентов-восстановителей несколько ослабляет коррозию металла питательного тракта котла. При накапливании связывающих кислород реагентов в воде может повышаться солесодержание, однако создается «анти-кислородный буфер», поглощающий следы кислорода.

В целях обескислороживания часто применяют обработку воды сульфитом натрия как дешёвым, доступным и безвредным препаратом (в отличие от применяемого для тех же целей гидразина). Обработка воды сульфитом натрия основана на реакции окисления сульфита растворённым в воде кислородом с образованием сульфата.

Сульфитирование просто в осуществлении, не требует громоздкой и дорогой аппаратуры и широко применяется для обескислороживания воды котлов среднего давления (3–6 МПа), испарителей и подпиточной воды тепловых сетей (в условиях котлов высокого давления сульфит разлагается с образованием летучих газов — сероводорода и диоксида серы, которые уносятся паром и вызывают коррозию пароконденсатного тракта).

Ввиду значительного падения концентрации кислорода при сульфитировании воды повышается коррозионная стойкость материала оборудования за счёт снижения образования оксидов металлов и снижения износа металла, что сопровождается улучшением экономических показателей. В результате обработки питательной воды сульфитом натрия достигается настолько глубокое обескислороживание воды, что кислород в ней перестаёт аналитически обнаруживаться.

Сульфитирование также предусматривается для котлов давлением 4 МПа (40 атм) для защиты от нитритной коррозии при содержании в питательной воде нитритов (в пересчёте на NO_2^-) более 20 мкг/л.

По указанным причинам аналитический химический контроль на тепло-энергетических объектах включает в числе прочих параметров также определение концентрации сульфита.

10.16.1 Определение сульфитов методом обратного йодометрического титрования

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Определение сульфитов выполняется методом обратного йодометрического титрования аналогично ПНД Ф 14.1:2:4.163-2000. Определение основано на окислении их до сульфатов титрованным раствором йода в избыточном количестве, при этом аналитическая реакция может протекать в двух направлениях (с образованием сульфатов и дитионатов). Чтобы исключить реакцию образования дитионатов, сульфит вводят в подкисленный раствор йода, после чего оттитровывают избыток йода раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала до обесцвечивания титруемого раствора. Для предохранения сульфит-ионов от окисления кислородом воздуха в анализируемую пробу воды добавляют глицерин.

Диапазон определяемых значений содержания сульфитов составляет от 1 до 50 мг/л (мг/кг).

Объём пробы для анализа составляет 100 мл, продолжительность выполнения анализа — не более 15 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ-3ПМ, тест-комплекта «Сульфиты».

Посуда, принадлежности: колба коническая на 250 мл; колба коническая на 100 мл; ложка мерная; пипетки полимерные; пипетки градуированные на 5 мл; пробирка градуированная полимерная с пробкой; соединительная трубка (сифон); стойка-штатив; флакон для отбора проб на 250 мл; шприц-дозатор на 5 мл; цилиндр мерный на 100 мл.

Примечание. Колба мерная на 1000 мл для приготовления раствора тиосульфата натрия 0,1 моль/л экв. в состав изделия не входит и поставляется по отдельному заказу.

Реагенты, растворы, материалы: глицерин; крахмал растворимый; раствор йода 0,1 моль/л экв.; раствор крахмала 0,5% стабилизированный; раствор тиосульфата натрия 0,1 моль/л экв. стабилизированный; раствор уксусной кислоты 1 : 9; стандарт-титр тиосульфата натрия 0,1 моль/л экв.

ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Для отбора проб при определении сульфитов используют стеклянные или полиэтиленовые флаконы-пробоотборники с герметично закрывающейся пробкой.

Во флакон, предназначенный для отбора пробы на сульфит, предварительно вводят 5,0 мл глицерина на 250 мл пробы.



Добавка глицерина во флакон-пробоотборник необходима для предотвращения окисления сульфит-ионов кислородом воздуха.

Флакон с предварительно помещённой порцией глицерина наполняют до горлышка пробой, закрывают пробкой так, чтобы не осталось воздушных пузырьков, и перемешивают содержимое флакона переворачиванием.

Объём отбираемой пробы должен быть не менее 250 мл. Определение проводят как можно быстрее после отбора пробы.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к анализу состоит в периодическом приготовлении раствора крахмала и раствора тиосульфата натрия по истечении срока годности или израсходовании.

Приготовление раствора крахмала



1.

В коническую колбу с применением цилиндра поместите 50 мл дистиллированной воды, после чего перелейте из колбы 7–8 мл воды в пробирку.

2.

В пробирку добавьте 3 мерных ложки (без горки) крахмала. Пробирку закройте пробкой, содержимое взболтайте для образования суспензии крахмала.

3.

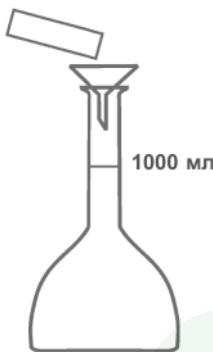
Коническую колбу с оставшимся объёмом воды поставьте на плитку с закрытой спиралью и доведите воду до кипения. В кипящую воду полностью перенесите суспензию из пробирки. Смесь доведите до кипения.

Раствор крахмала охладите и храните во флаконе из-под того же раствора, отметив дату его приготовления на этикетке.

Раствор устойчив в течение 4–5 дней. Раствор крахмала после его охлаждения можно стабилизировать добавлением 2–3 капель хлороформа. Срок годности стабилизированного раствора крахмала — 1 месяц при хранении при комнатной температуре и 4 месяца — при хранении в холодильнике (2–5 °C).

Приготовление раствора тиосульфата натрия 0,1 моль/л экв. из стандарт-титра (раствора титранта)

При израсходовании раствора тиосульфата натрия 0,1 моль/л экв. пригответьте свежий раствор из имеющейся в изделии ампулы (флакона) стандарт-титра тиосульфата натрия.



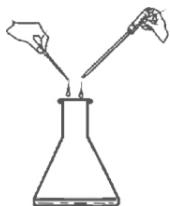
Для приготовления раствора с концентрацией 0,1 моль/л экв. содержимое ампулы (флакона) количественно перенесите в мерную колбу вместимостью 1 л (в состав изделия не входит), добавьте 300–400 мл дистиллированной воды, перемешайте до полного растворения соли и затем доведите объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешайте. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке. Хранение раствора тиосульфата натрия рекомендуется в герметично закрытой посуде с минимальным количеством воздуха в тёмном месте при охлаждении до 2–5 °C.

Срок годности раствора составляет 3 месяца.

Для увеличения срока годности данного раствора рекомендуется стабилизировать его добавлением на 1 л готового раствора нескольких капель хлороформа или около 0,1 г карбоната натрия.

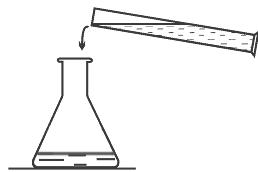


ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



1.

Добавьте в коническую колбу градуированными пипетками 4,0 мл раствора йода 0,1 моль/л экв. и 4,0 мл раствора уксусной кислоты 1 : 9, содержимое колбы перемешайте.



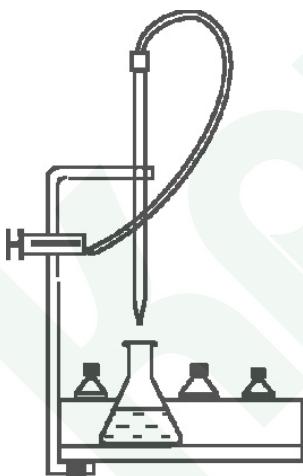
2.

Отберите с помощью мерного цилиндра 100 мл подготовленной пробы воды (с добавкой глицерина) и поместите её в коническую колбу к подкисленному раствору йода. Содержимое колбы перемешайте.



3.

Оставьте пробу на 2 мин для полного протекания реакции.



4.

Титруйте пробу с помощью градуированной пипетки на 5 мл раствором тиосульфата натрия 0,1 моль/л экв. (раствором титранта) до изменения жёлто-коричневой окраски раствора на бледно-жёлтую.

К изменившему первоначальную окраску содержимому колбы добавьте полимерной пипеткой 0,5 мл раствора крахмала 0,5%, содержимое колбы перемешайте (раствор в колбе синеет).



После добавления крахмала раствор титранта продолжайте добавлять строго по каплям при интенсивном перемешивании пробы после каждой добавленной капли до исчезновения голубой окраски.

Примечание. Титрование считают законченным, если после обесцвечивания раствора по истечении 0,5 мин окраска раствора не восстанавливается.

5.

По результатам титрования определите общий объём раствора тиосульфата натрия 0,1 моль/л экв., израсходованный на титрование как до, так и после добавления раствора крахмала (V_{TC} , мл).

6.

Вычислите концентрацию сульфитов C , в мг/л (мг/кг), по формуле (19):

$$C = \frac{H \times (V - V_{TC}) \times 40,03 \times 1000}{V_{PP}} = \frac{0,1 \times (4,0 - V_{TC}) \times 40,03 \times 1000}{100} = \\ = 40,03 \times (4,0 - V_{TC}), \quad (19)$$

где V — объём раствора йода 0,1 моль/л экв., добавленный в п. 1 определения в избытке, и равный 4,0 мл;

V_{TC} — объём раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, мл;

H — молярная концентрация эквивалента раствора тиосульфата натрия, 0,1 моль/л;

40,03 — молярная масса эквивалента сульфит-иона, г/моль;

1000 — коэффициент пересчёта из граммов в миллиграммы;

V_{PP} — объём пробы, взятой для анализа, мл.

Пример.

В ходе анализа в коническую колбу поместили по 4,0 мл раствора йода 0,1 моль/л экв. и раствора уксусной кислоты 1 : 9.

Затем с помощью мерного цилиндра отмерили 100 мл подготовленной (с добавкой глицерина) пробы воды и поместили её в колбу. Содержимое перемешали. Через 2 мин провели титрование пробы раствором тиосульфата натрия 0,1 моль/л экв. (титранта) до бледно-жёлтого окрашивания раствора. Затем добавили 0,5 мл раствора крахмала, раствор окрасился в голубой цвет.

Продолжили титрование до полного обесцвечивания раствора. Общий объём раствора тиосульфата натрия 0,1 моль/л экв., израсходованный на титрование как до, так и после добавления раствора крахмала (V_{TC} , мл), составил 3,8 мл.

Концентрация сульфитов в анализируемой пробе составила:

$$C = 40,03 \times (4,0 - 3,8) = 8,006 \approx 8,0 \text{ мг/л (мг/кг)}.$$

10.17 Углекислота свободная (двуокись углерода свободная)

При растворении в воде диоксида углерода образуется угольная кислота (свободная углекислота) H_2CO_3 , которая диссоциирует на ионы водорода H^+ и бикарбоната HCO_3^- , который далее превращается в карбонат CO_3^{2-} . При этом образовавшиеся ионы водорода вызывают активные коррозионные процессы, а карбонаты способствуют отложениям солей на котловом оборудовании.

Свободная углекислота во всех соединениях, являющихся формами её существования, образует карбонатную систему, при этом соотношение между компонентами карбонатной системы в значительной мере определяется величиной pH. В водном растворе между ними существует динамическое равновесие:



Соотношение форм диоксида углерода в воде (свободная углекислота, бикарбонат, карбонат) определяются значением pH воды. При увеличении температуры воды происходит постепенный переход угольной кислоты в газообразный диоксид углерода, при этом наибольший эффект выделения углекислоты из воды происходит при кипении воды вследствие снижения растворимости свободной углекислоты в воде и разложения бикарбонат-ионов с образованием карбонатов¹¹.

В интервале pH от 6 до 10 производные угольной кислоты присутствуют преимущественно в форме гидрокарбонатных ионов с их максимальным содержанием при pH 8,3–8,4. Карбонаты появляются при pH более 7 и становятся доминирующей формой производных угольной кислоты при pH более 10,5¹².

При эксплуатации паровых котельных следует учитывать влияние растворённой свободной углекислоты в исходной и других водах на весь водно-химический режим котельного и другого оборудования с проведением аналитического химического контроля в необходимом объёме согласно действующему на предприятии плану.

¹¹ Руководство по аналитическому химическому контролю при водоподготовке и эксплуатации котлового оборудования. СПб., 2023.

¹² Руководство по анализу воды. Питьевая и природная вода, почвенные вытяжки. СПб., 2021.

10.17.1 Определение свободной углекислоты методом титрования аликвот со свидетелем

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Определение свободной углекислоты проводится титриметрическим методом (РД 52.24.515-2019, РД 153-34.2-21.544-2002). Метод основан на количественном переводе угольной кислоты (растворённой двуокиси углерода) в гидрокарбонат-ионы HCO_3^- при титровании пробы воды раствором карбоната натрия Na_2CO_3 до pH 8,3 в присутствии индикатора фенолфталеина.

Индикация конечной точки титрования производится по специально приготовленному рабочему раствору сравнения (свидетелю) на основе раствора сульфата меди и хлорида кобальта.

Данный метод применяется при анализе природных вод в технологиях водоподготовки. При соответствии диапазона определяемых концентраций, метод может применяться для анализа производственных вод тепловых электростанций при анализе котловой воды, исходной воды, Н-катионированной воды до и после декарбонизатора, обессоленной воды, питательной воды после деаэрации, а также конденсата пара.

Выполнению измерений могут мешать высокая минерализация воды (более 1 г/л), повышенное содержание ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} (жёсткость более 10 °Ж), взвешенные и окрашенные вещества (цветность более 100 градусов), а также другие слабые кислоты, присутствующие в высоких концентрациях (кремниевая и др.).

Диапазон определяемых данным методом концентраций свободной углекислоты в анализируемой воде составляет от 2 до 100 мг/л. Объём пробы, необходимой для анализа, составляет 100 мл, продолжительность выполнения анализа — не более 30 мин.

При необходимости определения свободной углекислоты в концентрациях менее 2 мг/л анализ следует осуществлять при особом отборе пробы и её концентрировании по методике согласно МУ 08-47/223 с учётом ОСТ 34-70-953.21.

ОТБОР ПРОБ

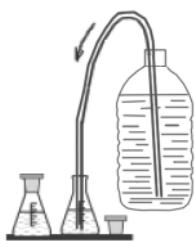
Отбор проб воды должен проводиться в соответствии с п. 9 настоящего руководства. Для отбора проб используются бутыли из полимерного материала или стекла.

Определение свободной углекислоты выполняется по возможности сразу после отбора проб и на месте. Отбор проб при анализе данного показателя включает несколько этапов, имеющих следующие особенности.

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

1. Предварительный отбор анализируемой воды. При отборе пробы непосредственно на котельном оборудовании водой заполняется бутыль из полимерного материала вместимостью 2–5 л. Бутыль предварительно ополаскивается отбираемой водой. Её следует заполнить водой доверху и закрыть крышкой так, чтобы под пробкой не осталось пузырьков воздуха. В таком состоянии бутыли с водой можно доставить на место отбора аликвот в колбы для титрования.

2. Отбор аликвот пробы в колбы для титрования. Для анализа используют аликвоты пробы, которые отбирают следующим образом.



Из бутыли с предварительно отобранный водой для анализа, с использованием сифона отбирают пробы воды в две конические колбы для титрования. Каждую колбу заполняют до метки «100 мл». При этом во избежание перемешивания воды с воздухом стеклянный наконечник (нижний конец сифона) опускают до дна колбы и приподнимают к поверхности воды в колбе по мере её наполнения. Каждую колбу наполняют до метки и закрывают пробками. Анализ пробы выполняют сразу после наполнения колбы, хранить пробы в колбе недопустимо.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ-3ПМ, тест-комплекта «Двуокись углерода свободная».

Посуда, принадлежности: ёмкость для отбора проб; колба коническая для титрования с меткой «100 мл» и пробкой (3 шт.); колба мерная вместимостью 100 мл; пипетка градуированная вместимостью 5 мл для титрования; стойка-штатив; шприц-дозатор с соединительной трубкой; сифон (силиконовая трубка) со стеклянным наконечником; пипетка полимерная; цилиндр мерный вместимостью 25 мл; шприц пластиковый вместимостью 50 мл с силиконовой трубкой и зажимом.

Примечание. Дистиллированная вода и ёмкости для отбора проб в состав некоторых изделий не входят. Рекомендуется использование набора для отбора и переноски проб при анализе котловой воды (№ заказа 6.175, см. приложение 2).

Реагенты, растворы, материалы: кобальт (II) хлористый 6-водный; медь (II) сернокислая 5-водная; натрий углекислый (в капсулах, навеска по 0,53 г); раствор индикатора фенолфталеина; раствор сегнетовой соли; раствор сравнения основной; раствор соляной кислоты 1 : 1.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к проведению анализа при определении свободной углекислоты состоит в приготовлении дистиллированной воды, свободной от CO_2 , и приготовлении следующих растворов:

- раствора натрия углекислого (имеет срок годности 1 день);
- основного раствора сравнения (при его израсходовании);
- рабочего раствора сравнения (свидетеля).

Приготовление дистиллированной воды, свободной от CO_2 . Дистиллированную воду кипятите 15–20 мин, затем перелейте в подходящую ёмкость, закройте герметично пробкой и охладите до комнатной температуры. Дистиллированную воду используйте свежепрокипячёйной.

Примечание. При необходимости даже непродолжительного хранения прокипячёной воды ёмкость для хранения должна быть заполнена водой полностью и закрыта герметично пробкой так, чтобы на стенках или между водой и пробкой не оставалось пузырьков воздуха.

Приготовление раствора натрия углекислого с молярной концентрацией 0,05 моль/л (титранта). Навеску натрия углекислого из капсулы (0,53 г) количественно перенесите в мерную колбу вместимостью 100 мл. Для этого несколько раз ополосните капсулу небольшими порциями дистиллированной воды, свободной от CO_2 , сливая воду после ополаскивания в колбу. Доведите объём раствора до метки дистиллированной водой, свободной от CO_2 , перемешайте до полного растворения. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке.

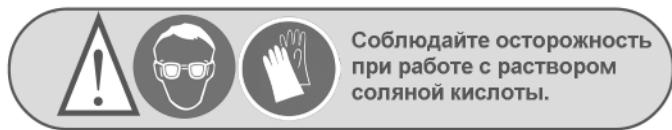
Раствор титранта используйте в тот же день. Храните раствор в течение дня в плотно закрытой посуде.

Примечание. Наиболее простым способом хранения небольшого количества раствора натрия углекислого является его помещение сразу после приготовления в пластиковый шприц на 50 мл. На шприц надевают силиконовую трубку с зажимом. Новый шприц с силиконовой трубкой следует тщательно вымыть и выдержать с разбавленным раствором натрия углекислого несколько дней, затем вымыть дистиллированной водой. Перед заполнением ополоснуть тем раствором, которым шприц будет заполнен. Заполнять шприц следует не более чем на 2/3 объёма, причём в шприце не должно оставаться воздуха. Для транспортирования шприц помещают в пластиковый или жёсткий картонный футляр (коробку) для исключения случайного нажатия на поршень.

Приготовление основного раствора сравнения. 1,0 г кобальта хлористого 6-водного и 1,0 г меди сернокислой 5-водной поместите в мерную колбу вместимостью 100 мл, заполненную примерно наполовину дистиллированной

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

водой. Далее растворите соли в воде, добавьте в колбу 2,0 мл раствора соляной кислоты 1 : 1, доведите раствор до метки дистиллированной водой, свободной от CO_2 , и перемешайте.



Приготовление рабочего раствора сравнения (свидетеля). Для приготовления рабочего раствора-свидетеля 10 мл основного раствора сравнения поместите в коническую колбу с меткой «100 мл» (с помощью мерного цилиндра) и доведите до метки дистиллированной или анализируемой водой (см. примечание 1). Раствор-свидетель приготавливают непосредственно перед применением. Рабочий раствор сравнения (свидетель) имеет бледно-розовую окраску.

Примечание. 1. Если анализируемая вода имеет естественную окраску, мешающую определению, то раствор-свидетель следует готовить на анализируемой воде. В этом случае (т. е. при анализе окрашенной воды) в конце титрования окраска пробы будет не розовой, как приготовленная на бесцветной воде, а желтовато-розовой, как и окраска свидетеля, приготовленного на анализируемой воде.
2. Если при добавлении основного раствора сравнения к анализируемой воде образуется осадок, то прямое титриметрическое определение использовать не следует. В таких случаях проводят определение концентрации углекислоты расчётным способом по РД 52.24.515.
3. Для приготовления рабочего раствора-свидетеля желательно использовать колбу той же вместимости и такого же оттенка стекла, что и колба, используемая для титрования проб воды.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

При анализе сначала выполняется предварительное определение (для ориентировочного установления точки эквивалентности при титровании) и затем — окончательное определение.

A. Предварительное определение

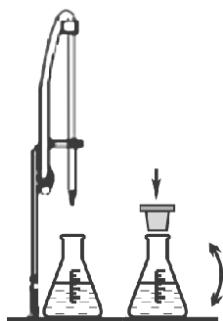
1.



Добавьте в наполненную до метки «100 мл» колбу полимерной пипеткой 1 мл раствора индикатора фенолфталеина. Закройте её пробкой и жидкость перемешайте, переворачивая колбу, но не взбалтывая.

2.

Сравните окраску анализируемой воды с окраской раствора-свидетеля при рассеянном освещении **на белом фоне**. Если анализируемая вода приняла розовую окраску, равную окраске рабочего раствора-свидетеля или более интенсивную, то считают, что свободная двуокись углерода отсутствует. Если же вода сохранила естественный цвет или появился розовый оттенок, но более слабый, чем у раствора-свидетеля, следует приступить к определению двуокиси углерода.

3.

Титруйте пробу раствором титранта из пипетки по каплям, каждый раз закрывая колбу пробкой и выжидая, пока не исчезнет розовая окраска. Вначале при перемешивании окраска исчезает быстро. При последующем приливании раствора титранта скорость исчезновения окраски замедляется, и в конце определения появляется устойчивая светло-розовая окраска, сохраняющаяся в течение продолжительного времени. Если при добавлении первой капли титранта окраска исчезает сразу, то добавляйте раствор титранта по несколько капель; при замедлении исчезновения окраски продолжайте титрование, добавляя раствор по одной капле.

П р и м е ч а н и е. Если при приливании раствора титранта вода в колбе мутнеет, то определение следует повторить, добавив в колбу с анализируемой водой перед титрованием 1 мл раствора сегнетовой соли.

4.

Интенсивность окраски пробы сравнивайте с окраской раствора-свидетеля. Титрование считается законченным, когда достигается одинаковая со свидетелем окраска, не изменяющаяся в течение 5 мин. Сравнение окрасок следует проводить при рассеянном освещении **на белом фоне**.

5.

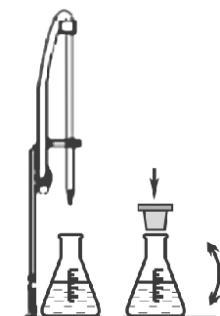
По окончании титрования отсчитайте по пипетке объём раствора титранта, пошедший на титрование. Так как титрование пробы в данной колбе проводится медленно, то возможно искажение результата титрования ввиду потерь диоксида углерода. По этой причине данное титрование является предварительным и позволяет получить лишь ориентировочный результат, который уточняется при последующем окончательном (точном) титровании.

Б. Окончательное определение**1.**

Для точного титрования возьмите вторую колбу, заполненную до метки «100 мл» анализируемой водой. Добавьте полимерной пипеткой 1 мл раствора фенолфталеина и прилейте такой объём раствора титранта, чтобы до установленной при предварительном титровании точки эквивалентности оставалось ещё примерно 0,3–0,5 мл.

2.

Продолжите титрование, добавляя раствор титранта по 1 капле, каждый раз закрывая колбу пробкой и переворачивая её для перемешивания.

**3.**

Интенсивность окраски пробы сравнивайте с окраской раствора-свидетеля. Титрование считается законченным, когда достигается одинаковая со свидетелем окраска, не изменяющаяся в течение 5 мин. Сравнение окрасок следует проводить при рассеянном освещении *на белом фоне*.

4.

По окончании титрования отсчитайте по пипетке количество затраченного на титрование раствора титранта (V_T , мл).



B. Расчёт массовой концентрации свободной углекислоты

5.

Массовую концентрацию свободной двуокиси углерода в анализируемой пробе воды (C_{CB}) в мг/л рассчитайте по формуле (20):

$$C_{\text{CB}} = \frac{44,0 \times V_{\text{T}} \times C_{\text{T}} \times 1000}{V_{\text{PP}}} = 22 \times V_{\text{T}}, \quad (20)$$

где 44,0 — масса моля диоксида углерода, г/моль;

C_{T} — молярная концентрация раствора титранта (натрия углекислого), 0,05 моль/л;

V_{T} — объём раствора титранта (натрия углекислого), израсходованный на титрование, мл;

V_{PP} — объём пробы воды, использованный для анализа, 100 мл;

1000 — коэффициент пересчёта из граммов в миллиграммы.

Пример. К 100 мл анализируемой воды добавили 1 мл индикатора фенолфталеина. Анализируемая вода сохранила естественный цвет, поэтому приступаем к определению свободной углекислоты. В результате титрования определили, что объём раствора титранта, пошедшего на титрование пробы до интенсивности, близкой окраске свидетеля, составил 1,2 мл.

Рассчитываем концентрацию свободной двуокиси углерода в анализируемой пробе воды:

$$C_{\text{C}} = 22 \times V_{\text{T}} = 22 \times 1,2 = 26,4 \text{ мг/л.}$$

Концентрация свободной двуокиси углерода в анализируемой пробе воды составила 26,4 мг/л.

10.18 Удельная электрическая проводимость и солесодержание

Содержание растворимых солей (солесодержание) котловой воды имеет огромное значение для поддержания требуемого водно-химического режима работы котельного оборудования и определяется главным образом как общая концентрация растворённых солей в виде анионов и катионов. Неправильный учёт (или неучёт) солесодержания воды при эксплуатации котельного оборудования, как правило, приводит к накоплению на внутренних стенках труб, в паровых котлах, на испарителях и других устройствах, в которых происходит нагревание или испарение воды, накипи, которая может иметь различную химическую природу. Появление накипи изменяет многие параметры работы оборудования, в частности теплопроводность материалов (металла), приводящую к неоправданному увеличению топлива (электричества), а при значительном накоплении накипи оборудование нуждается в замене.

Кроме того, солесодержание определяет концентрирование вредных примесей, поступающих с питательной водой и накапливающихся в процессе эксплуатации котлового оборудования при упаривании воды. Накопление примесей в воде может достигать критических уровней, при которых происходит вспенивание воды, сопровождающееся нарушением процесса парообразования и ухудшением качества пара.

Солесодержание определяют только в образцах жидких проб, так как в паровую фазу и в соответствующие конденсаты соли не попадают (исключение составляют соли кремния, переходящие в паровую фазу при высоком давлении и, соответственно, попадающие в конденсат).

Солесодержание воды аналитически выражается как суммарная эквивалентная концентрация присутствующих примесей. Однако практически чаще определяется значение условного солесодержания по удельной электрической проводимости пробы, измеренной кондуктометром, и переводится в единицы концентрации хлорида натрия, которая должна соответствовать установленным для эксплуатации оборудования нормативам.

Практическое значение в обеспечении водно-химического режима имеет также определение солесодержания в виде приближённого значения сухого остатка, которое удобно использовать для определения величины допустимой условной сульфатно-кальциевой жёсткости расчётно-графическим методом (проводится по номограмме, см. п. 10.7).

10.18.1 Кондуктометрическое определение удельной электрической проводимости и солесодержания

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Удельная электрическая проводимость (УЭП) и солесодержание определяются кондуктометрическим методом (РД 24.032.01-91, ОСТ 5Р.4049-82 и др.) и характеризуют общее содержание в воде всех растворённых веществ, способных проводить электрический ток, т. е. диссоциирующих на ионы. При этом солесодержание выражается в концентрации хлористого натрия в анализируемой пробе воды (мг/л), которая характеризуется определённым значением электрической проводимости и определяется косвенно по измеренной величине УЭП пробы.

Значение УЭП контролируемой пробы может измеряться с применением кондуктометров различных типов (см. п. 3.6), имеющих в составе сопроводительной документации руководство с методикой применения прибора конкретной марки. В составе водно-химических лабораторий ВХЭЛ в соответствующих модификациях в качестве базового прибора поставляется кондуктометр «Эксперт-002-2-бн» с совместимым датчиком. Кондуктометр данного типа относится к автоматизированным переносным кондуктометрическим анализаторам жидкости и предназначен для измерения УЭП и температуры и выдаче расчётных значений солесодержания (общей минерализации) по результатам измерений УЭП. Выдаваемые прибором значения приведены к температуре 25 °С.

В основу измерений УЭП растворов с применением кондуктометра «Эксперт-002-2-бн» положен контактный метод с использованием четырёхэлектродной кондуктометрической ячейки, включающей два токовых электрода и два потенциальных электрода. Метод измерения температуры растворов основан на зависимости сопротивления термочувствительного элемента при постоянном токе от температуры. Конструктивно термочувствительный элемент встроен в датчик УЭП. В основу расчёта солесодержания (общей минерализации) положен метод градуировочного графика, который заключается в построении с помощью кондуктометра графика зависимости концентрации раствора хлорида натрия от УЭП раствора. Точки градуировочной зависимости УЭП хлористого натрия от концентрации раствора соли при температуре 25 °С внесены в память кондуктометра. В случае если применяемый прибор не выдаёт расчётного значения солесодержания по результатам измерения УЭП, это значение может быть определено с использованием табличных данных зависимости УЭП от солесодержания (по хлориду натрия).

Диапазон измеряемых значений УЭП кондуктометра «Эксперт-002-2-бн» с датчиком УЭП-Н-С составляет от 2 до 200 000 мкСм/см (диапазон разбит на

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

5 поддиапазонов). Кондуктометр имеет интерфейс RS232C для связи с компьютером и может быть укомплектован соединительным кабелем для подключения к компьютеру с программным обеспечением.

Подробнее принцип работы кондуктометра и его описание приведены в документации к поставляемому прибору.

Объём пробы для анализа представляет собой объём ячейки и составляет не более 40 мл, продолжительность выполнения определения — 15 мин.

ПРИБОРЫ И ПРИНАДЛЕЖНОСТИ

Кондуктометр «Эксперт-002-2-бн» в составе: блок измерительный, комбинированный датчик наливного типа УЭП-Н-С, блок питания, руководство по эксплуатации с методикой поверки, паспорт.

Дополнительная комплектация кондуктометра: соединительный кабель для подключения к компьютеру с программным обеспечением.

Примечание. Измерения УЭП могут выполняться с использованием кондуктометра аналогичного типа другой марки, например МАРК-603 с датчиками ДП-15 и ДП-015.

ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб воды и пара производится в соответствии с п. 9 настоящего руководства. Для отбора проб используются бутыли из стекла или полимерного материала.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЯМ

Подробнее о подготовке кондуктометра к работе см. руководство по эксплуатации, прилагаемое к прибору. В случае применения кондуктометра другой марки аналогичного типа следует руководствоваться сопроводительной документацией к прибору. Выполнение измерений производится согласно документации к поставляемому кондуктометру.

Ниже приведено краткое описание операций, выполняемых при подготовке к измерениям при использовании кондуктометра «Эксперт-002-2-бн».

Извлеките кондуктометр из упаковки, путём внешнего осмотра убедитесь в отсутствии механических повреждений всех блоков.

После транспортировки при отрицательных температурах следует выдержать кондуктометр при комнатной температуре в течение не менее 4 ч.

При работе кондуктометра в режиме питания от сети подключите блок питания к соответствующему разъёму измерительного блока. Включите в сеть блок питания.

Подготовьте датчик УЭП к работе в соответствии с указаниями, изложенными в паспорте.

Подключите датчик УЭП к соответствующему разъёму измерительного блока и заполните его контролируемым раствором.

Подробнее см. в руководстве по эксплуатации используемого кондуктометра.

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Ниже приведено краткое описание операций, выполняемых при измерениях с использованием кондуктометра «Эксперт-002-2-бн».

Подробнее об измерениях с кондуктометром данной модели см. руководство по эксплуатации, прилагаемое к прибору. В случае применения кондуктометра другой марки аналогичного типа следует руководствоваться сопроводительной документацией к прибору.

1. Измерение удельной электрической проводимости и температуры растворов

«ВКЛ»

Включите кондуктометр кнопкой «ВКЛ». На дисплее индикатора последовательно появятся надписи:

Кондуктометр
Эксперт-002

и далее

Кондуктометр
Ак =%

Через некоторое время, необходимое для установления показаний БИ, показания на дисплее кондуктометра будут иметь вид типа:

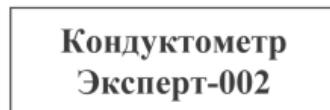
(n) XX,X °C
00:01

Примечание. Знак n (может принимать значение от 2 до 6) — номер поддиапазона измерений УЭП для рассматриваемого кондуктометра.

При этом кондуктометр находится в режиме измерения УЭП и температуры контролируемой среды в режиме автоматического выбора поддиапазона измерений УЭП.

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Для выхода из режима измерений в режим ожидания кондуктометра нажмите кнопку «OTM». При этом на экране дисплея появится надпись:

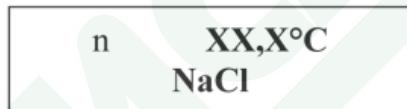


Подробнее см. в руководстве по эксплуатации кондуктометра.

2. Расчет солесодержания (общей минерализации) контролируемой среды на хлористый натрий

Находясь в режиме ожидания кондуктометра, нажмите кнопку «СОЛЬ» и кнопками «<→» или «→» выберите «NaCl». Кнопкой «OTM» выйдите в основной режим.

Для расчёта кнопкой «ИЗМ» войдите в режим измерения УЭП, затем рассчитайте приведённую УЭП, активизируя кнопку «ТК», затем рассчитайте общую минерализацию в расчёте на NaCl, нажав кнопку «СОЛЬ». На экране дисплея появится надпись:



Градуировочные графики для других солей оператор может построить и внести в память измерительного блока самостоятельно. При этом оператор вводит в измерительный блок градуировочные точки зависимости концентрации раствора соли (в мг/л) от УЭП, по которым микропроцессор кондуктометра проводит автоматический расчёт общей минерализации раствора в пересчёте на данную соль. При самостоятельном построении градуировочного графика оператору следует выполнять операции согласно руководству по эксплуатации кондуктометра, для чего используются данные табл. 15.

Примечание. Подробнее о выполнении измерений см. в руководстве по эксплуатации на кондуктометр используемого типа.

10.18 Удельная электрическая проводимость и солесодержание

Таблица 15
Зависимость удельной электрической проводимости от солесодержания¹³

Температура, °C	Солесодержание, мг/л NaCl													
	Удельная электрическая проводимость, мкСм/см													
	0,10	0,11	0,12	0,13	0,14	0,15	0,16	0,17	0,18	0,19	0,20	0,22	0,25	0,28
16	0,038	0,044	0,048	0,057	0,062	0,068	0,072	0,076	0,084	0,089	0,094	0,107	0,120	0,140
18	0,035	0,041	0,044	0,053	0,058	0,064	0,067	0,070	0,079	0,083	0,088	0,100	0,115	0,130
20	0,030	0,036	0,039	0,047	0,052	0,058	0,061	0,064	0,072	0,076	0,081	0,093	0,107	0,125
22	0,027	0,032	0,036	0,044	0,048	0,054	0,057	0,060	0,067	0,071	0,076	0,087	0,100	0,120
24	0,023	0,028	0,031	0,039	0,043	0,048	0,051	0,054	0,062	0,065	0,070	0,080	0,093	0,110
26	0,020	0,025	0,028	0,035	0,039	0,044	0,047	0,050	0,057	0,060	0,065	0,075	0,087	0,103
28	0,016	0,021	0,024	0,031	0,035	0,040	0,042	0,045	0,052	0,055	0,060	0,069	0,080	0,097
30	0,013	0,017	0,020	0,026	0,031	0,035	0,036	0,041	0,046	0,050	0,054	0,064	0,075	0,090
32	0,009	0,014	0,016	0,022	0,026	0,032	0,033	0,038	0,042	0,045	0,049	0,058	0,069	0,083
34	0,007	0,011	0,014	0,020	0,023	0,028	0,030	0,032	0,038	0,041	0,045	0,054	0,065	0,078
36	0,004	0,008	0,010	0,016	0,020	0,024	0,026	0,028	0,034	0,039	0,041	0,049	0,060	0,073
38		0,003	0,005	0,011	0,015	0,019	0,021	0,023	0,029	0,031	0,035	0,043	0,053	0,066
40			0,002	0,007	0,011	0,015	0,018	0,019	0,024	0,027	0,031	0,038	0,048	0,060

Продолжение таблицы 15

Температура, °C	Солесодержание, мг/л NaCl											
	Удельная электрическая проводимость, мкСм/см											
	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4	1,7	2,0	2,5	3,3	6,7	10,0
16	0,21	0,30	0,43	0,54	0,68	0,78	0,92	1,10	1,38	1,85	3,72	5,60
18	0,20	0,29	0,41	0,52	0,65	0,75	0,88	1,05	1,32	1,77	3,56	5,35
20	0,18	0,27	0,39	0,49	0,62	0,71	0,83	1,00	1,26	1,69	3,40	5,11
22	0,17	0,26	0,37	0,47	0,59	0,68	0,79	0,96	1,20	1,61	3,25	4,90
24	0,16	0,25	0,35	0,45	0,56	0,65	0,76	0,92	1,15	1,55	3,12	4,69
26	0,16	0,23	0,33	0,43	0,54	0,62	0,72	0,87	1,10	1,48	2,97	4,47
28	0,15	0,22	0,32	0,42	0,52	0,59	0,70	0,84	1,04	1,42	2,86	4,31
30	0,14	0,21	0,30	0,39	0,49	0,57	0,67	0,80	1,01	1,36	2,74	4,14
32	0,13	0,20	0,29	0,37	0,47	0,54	0,64	0,77	0,96	1,31	2,64	3,98
34	0,12	0,19	0,28	0,36	0,45	0,52	0,61	0,74	0,94	1,26	2,55	3,84
36	0,11	0,18	0,27	0,34	0,43	0,50	0,59	0,72	0,90	1,22	2,47	3,72
38	0,11	0,17	0,25	0,32	0,41	0,48	0,57	0,69	0,86	1,16	2,36	3,57
40	0,10	0,16	0,24	0,31	0,39	0,46	0,54	0,66	0,83	1,12	2,28	3,44

¹³ Данные приведены согласно ОСТ 5Р.4049-82.

10.19 Фосфаты

В составе исходной и питательной воды котельного оборудования всегда присутствуют примеси, которые, поступая в котёл, становятся компонентами находящейся там воды (соединения кальция и магния, оксиды железа, алюминия, цинка, меди). В процессе испарения воды, происходящего в рабочих условиях котлоагрегатов, концентрации примесей повышаются до значений, при которых присутствующие примеси могут выделяться в твёрдом виде, образуя накипь (силикат и сульфат кальция, гидроксид и фосфат магния и др.) или шлам (карбонат кальция, силикат магния и др.).

Для предотвращения пагубного влияния присутствующих в воде (даже в малых концентрациях) примесей, практически повсеместно проводят фосфатную обработку киповой воды, которая сопровождается подщелачиванием и считается действенным фактором предотвращения образования в киповом оборудовании твёрдой кальциевой накипи.

Важно, что аналитический контроль фосфатов в воде должен проводиться наряду с контролем концентраций других соединений, что необходимо для контроля возможных химических факторов накипеобразования, шламообразования и коррозии. Так, при наличии некоторых примесей (в частности, соединений меди и железа) высокие концентрации применяемых фосфатов могут привести к усилению накипеобразования.

Содержание фосфатов обычно выражают в виде массовой концентрации ортофосфат-ионов (т. е. в пересчёте на PO_4^{3-}), что также называют «фосфатным числом», и измеряют в мг/л (мг/кг).

При правильном поддержании фосфатного режима котла и обеспечении других необходимых условий концентрация основного накипеобразователя — ионов кальция — снижается до уровня, позволяющего предотвратить или существенно снизить накипеобразование.

Аналитический контроль фосфатов необходим также в питательной воде, производимой в принятых для данного типа кипового оборудования технологиях водоподготовки, а также в соответствующих исходных водах — природных, грунтовых и т. п.

10.19.1 Титриметрическое определение фосфатов в производственных водах с однозамещённым фосфатом калия



МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Определение фосфатов при контроле водно-химического режима котлового оборудования (РД 24.032.01-91) проводится с использованием реакции взаимодействия фосфатов с раствором молибдата аммония в кислой среде ($\text{pH } 0,5\text{--}1,0$) с образованием гетерополикислоты, которая в присутствии восстановителя (хлорида олова) образует интенсивно окрашенное комплексное соединение синего цвета.

Определение основано на сопоставлении окраски двух проб — испытуемой и титруемой. Обе пробы содержат предусмотренный по методике определения состав реагентов — растворов молибдата аммония и хлористого олова в сильнокислой среде ($0,5\text{--}1,0$ ед. pH). При этом состав испытуемой и титруемой пробы формируется по-разному.

Испытуемая проба (проба 1) представляет собой пробу анализируемой котловой воды. Окраска этой пробы возникает при её обработке реагентами за счёт изначально содержащихся в анализируемой котловой воде фосфатов, концентрация которых является искомой величиной. При аналитической реакции образуется синий комплекс, а интенсивность окраски является мерой концентрации фосфатов.

Титруемая проба (проба 2) изначально не содержит фосфатов, и она формируется на упаренной катионированной воде. После обработки этой пробы реагентами она титруется стандартным раствором однозамещённого фосфата калия. При титровании образуется такой же синий комплекс, как в испытуемой пробе. Титрование проводят до визуального совпадения окраски титруемой пробы и испытуемой пробы после её обработки реагентами.

Диапазон определяемых значений массовых концентраций фосфатов составляет от 2 до 100 мг/л (мг/кг) и более.

Объём пробы для анализа составляет 5 мл, продолжительность выполнения анализа — не более 20 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ, тест-комплекта «Фосфаты КВ».

Посуда, принадлежности: колба коническая для титрования вместимостью 250 мл; мерная склянка с метками «2,5 мл», «5 мл», «10 мл»; мерная

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

склянка с меткой «20 мл»; пипетки полимерные; пипетка градуированная вместимостью 5 мл; стакан химический термостойкий вместимостью 250 мл; стойка-штатив; термометр; трубка-сифон; шприц-дозатор для титрования; флакон для хранения основного раствора хлорида олова.

Реагенты, растворы, материалы: вода дистиллированная и очищенная (катионированная); бумага универсальная индикаторная; калия фосфат однозамещённый (навеска 0,1433 г) — стандартное вещество; хлорид олова (навеска 0,8 г); раствор калия фосфата однозамещённого (стандартный — 100 мг/л по фосфат-аниону); раствор молибдата аммония; раствор соляной кислоты 1 : 2; раствор хлорида натрия.

ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб воды и пара проводится в соответствии с п. 9 настоящего руководства.

Для отбора проб используются бутыли из полимерного материала или стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора пробы.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к проведению анализа при определении фосфатов состоит в приготовлении растворов, имеющих ограниченный срок годности и расходуемых при анализе.

Приготовление основного раствора хлорида олова

В мерную склянку поместите раствор соляной кислоты 1 : 2 до метки «20 мл» и полностью перенесите навеску хлорида олова (0,8 г) из капсулы. Склянку закройте пробкой и перемешайте содержимое до полного растворения навески хлорида олова. Полученный раствор перенесите в тёмный флакон для хранения основного раствора хлорида олова с соответствующей этикеткой из состава тест-комплекта. Срок годности раствора — 3 месяца.

Приготовление раствора хлорида олова 1%

В мерную склянку поместите до метки «2,5 мл» основной раствор хлорида олова и доведите до метки «10 мл» дистиллированной водой, закройте пробкой и перемешайте.

Примечание. Данный раствор необходимо применять свежеприготовленным. Раствор устойчив не более 4 ч.

Приготовление раствора калия фосфата однозамещённого (стандартного — 100 мг/л по фосфат-иону)

При израсходовании раствора калия фосфата однозамещённого (стандартного), входящего в комплект лаборатории, раствор готовится потребителем из навески калия фосфата однозамещённого (стандартное вещество).

Навеску калия фосфата однозамещённого (0,1433 г) из флакона полностью перенесите в мерную колбу на 1000 мл, затем несколько раз ополосните флакон дистиллированной водой, сливая его содержимое в мерную колбу. Прибавьте в колбу небольшое количество дистиллированной воды и перемешайте содержимое колбы до полного растворения реагента. Раствор в колбе доведите дистиллированной водой до метки, перемешайте.

Срок годности раствора — 6 месяцев.

Примечание. Мерная колба на 1000 мл в состав изделия не входит.

Подготовка катионированной воды, упаренной до солесодержания котловой воды

Приготовление катионированной воды, необходимой при определении фосфатов, нужно проводить в соответствии с ОСТ 34-70-953.2 либо использовать набор для приготовления очищенной воды «Набор ВХА», производимый ЗАО «Крисмас+» (см. п. 6.2 и приложение 3). Далее приготовленную катионированную воду подвергают упариванию до значения солесодержания, приближённо равного солесодержанию исследуемой котловой воды. Для этого выполните следующие действия.

1.

Измерьте солесодержание исследуемой котловой воды, а также приготовленной катионированной воды (в пересчёте на NaCl) в мг/л с помощью кондуктометра «Эксперт-002-2-бн» посредством измерения удельной электропроводности согласно п. 10.18.

2.

Рассчитайте предполагаемое значение коэффициента упаривания катионированной воды по формуле (21):

$$n = \frac{S_{K.B.}}{S_{KAT.B.}}, \quad (21)$$

где n — предполагаемое значение коэффициента упаривания;

$S_{K.B.}$ — солесодержание исследуемой котловой воды (в пересчёте на NaCl) в мг/л;

$S_{KAT.B.}$ — солесодержание приготовленной катионированной воды (в пересчёте на NaCl) в мг/л.

3.

Рассчитайте конечный объём катионированной воды $V_{KAT.B.kon.}$, до которого необходимо упарить катионированную воду по формуле (22):

$$V_{KAT.B.kon.} = \frac{V_{KAT.B.nach.}}{n}, \quad (22)$$

где $V_{KAT.B.nach.}$ — начальный объём катионированной воды, взятой для упаривания, мл;

$V_{KAT.B.kon.}$ — конечный объём, до которого необходимо упарить катионированную воду, мл.

Примечание. Значение $V_{KAT.B.kon.}$ не должно быть менее 5 мл (потребность для одного анализа).



4.

Упарьте катионированную воду в n раз до $V_{KAT.B.kon.}$, используя химический термостойкий стакан на 250 мл для выпаривания и электроплитку с закрытой спиралью.

Примечание. Для упаривания можно использовать стакан из тест-комплекта «Фосфаты КВ» или аналогичный.

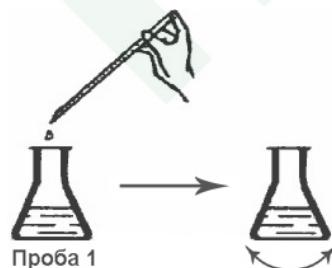
5.

Измерьте солесодержание упаренной катионированной воды (в пересчёте на NaCl) с помощью кондуктометра согласно п. 10.18.

Солесодержание упаренной катионированной воды $S_{KAT.B.kon.}$ должно быть приблизительно равно солесодержанию котловой воды $S_{K.B.}$, измеренному тем же способом.

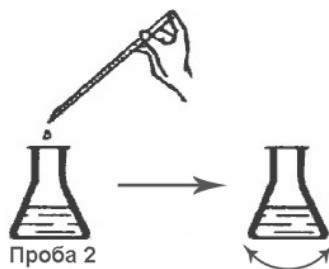
Упаренная катионированная вода должна быть использована для анализа свежеприготовленной.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



1.

Подготовьте пробу 1 (испытуемую). Для этого поместите 5 мл анализируемой котловой воды в коническую колбу вместимостью 250 мл, добавьте 1 мл раствора хлористого натрия и дистиллированную воду до метки «100 мл». Раствор в колбе перемешайте (первая проба).

**2.**

Подготовьте пробу 2 (титруемую). Для этого в другую коническую колбу поместите 5 мл катионированной воды, упаренной примерно до соле-содержания котловой воды, добавьте 1 мл раствора хлористого натрия и дистиллированной воды до метки «100 мл». Раствор в колбе перемешайте (вторая проба).

Примечание. Объём пробы может быть уменьшен до 1 мл при высоком содержании фосфат-ионов.



Проба 1

Проба 2

3.

Нагрейте обе колбы с пробами до температуры $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$ на водяной бане.



Проба 1

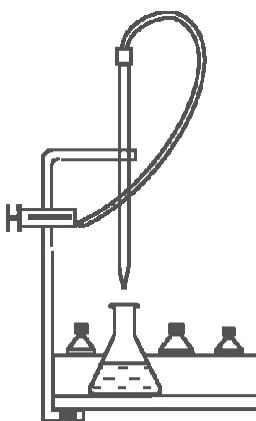
Проба 2

4.

Прибавьте в каждую колбу пипетками по 5 мл раствора молибдата аммония и по 1 мл раствора хлористого олова 1%. Раствор перемешайте. При наличии фосфат-ионов раствор в колбе с анализируемой водой приобретает синюю окраску (первая проба).



Раствор молибдата аммония
содержит серную кислоту.
Соблюдайте осторожность при
выполнении данной операции!

**5.**

По истечении 1 мин пробу 2 титруйте стандартным раствором калия фосфата однозамещенного до тех пор, пока окраска титруемого раствора не совпадёт с окраской пробы 1.

Примечание. Для выполнения данной операции градуированную пипетку, закреплённую в стойке-штативе, заблаговременно заполните стандартным раствором фосфата калия однозамещённого.

6.

Рассчитайте по формуле (23) концентрацию фосфат-иона (C_ϕ) в мг/л (мг/кг):

$$C_\phi = \frac{V_{CT} \times C_{CT}}{V_{PP}} = \frac{V_{CT} \times 100}{V_{PP}}, \quad (23)$$

где V_{CT} — объём стандартного раствора однозамещённого фосфата калия, израсходованный на титрование, в мл;

V_{PP} — объём котловой воды, взятый на анализ, в мл;

C_{CT} — концентрация стандартного раствора фосфата калия однозамещённого, 100 мг/л.

Пример. Для анализа отбрали 5 мл котловой воды и 5 мл катионированной воды, упаренной до солесодержания котловой. После обработки проб, при титровании пробы катионированной воды, её окраска совпала с окраской пробы исследуемой воды при израсходовании 2,5 мл стандартного раствора однозамещённого фосфата калия 100 мг/л. Концентрация фосфат-иона в исследуемой воде составила:

$$C_\phi = \frac{2,5 \times 100}{5} = 50 \text{ мг/л (мг/кг)}.$$

10.20 Хлориды

Хлориды в питательную и котловую воду попадают преимущественно при нарушениях процессов химводоочистки и с сырой водой и присутствуют, как правило, в виде хорошо растворимых натриевых, кальциевых и магниевых солей. При повышенной концентрации хлоридов значительно увеличивается жёсткость, солесодержание (сухой остаток), щёлочность и другие связанные показатели; при этом также нарушается баланс показателей, который необходимо поддерживать в применяемой схеме водно-химического режима.

Содержание хлоридов в котловой воде увеличивается по мере парообразования, а увеличение их концентрации приводит к ускорению коррозионных процессов в котловом оборудовании и может, при определённых условиях, значительно сократить сроки эксплуатации оборудования.

Аналитический химический контроль концентраций хлоридов осуществляется в широком диапазоне концентраций, охватывая практически как пресные воды (дистилляты), так и воды с повышенной солёностью.

10.20.1 Аргентометрическое определение хлоридов с хроматом калия в производственных водах

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Содержание хлоридов в котловой воде (массовую концентрацию хлорид-иона) определяют широко распространённым методом аргентометрического титрования. Приведённый метод применяется в модификации, аналогичной МУ 08-47/238, с учётом РД 24.031.120-91 и РД 24.032.01-91. Определение основано на титровании хлорид-иона раствором нитрата серебра при pH 5,0–8,0, в результате чего образуется суспензия практически нерастворимого хлорида серебра. В качестве индикатора используется хромат калия, который реагирует с избытком нитрата серебра с образованием хорошо заметной оранжево-бурой взвеси (осадка) хромата серебра. Учитывая, что pH котловой воды смешён в щелочную область, при определении данным методом предусмотрена корректировка значений pH до требуемого интервала при нейтрализации пробы путём добавления раствора серной кислоты в присутствии индикатора фенолфталеина.

Диапазон концентраций хлорид-иона, определяемых данным методом, составляет от 10 до 350 мл.

Объём пробы для анализа в зависимости от предполагаемой концентрации хлорид-иона составляет от 25 до 100 мл, продолжительность выполнения определения — не более 25 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ, тест-комплекта «Хлориды КВ».

Посуда, принадлежности: пипетки полимерные; колбы конические для титрования вместимостью 100 и 250 мл; мерный цилиндр вместимостью 100 мл; стойка-штатив; пипетки градуированные для титрования вместимостью 2 и 10 мл; пипетка градуированная вместимостью 5 мл; шприц-дозатор вместимостью 2 и 10 мл.

Реагенты, растворы, материалы: натрий хлористый стандарт-титр 0,1 моль/л; раствор нитрата серебра (0,028 моль/л); раствор серной кислоты 0,1 моль/л экв.; раствор хлорида натрия 0,1 моль/л; раствор хромата калия.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к анализу включает установление точной концентрации нитрата серебра в растворе титранта.

Установление точной концентрации раствора нитрата серебра (титранта)

При необходимости получения более точных результатов анализа, а также для проверки пригодности реагента (в случае ненадлежащего хранения, по истечении срока годности) или периодически (1 раз в 3 месяца) рекомендуется устанавливать точную концентрацию раствора нитрата серебра путём титрования в присутствии хромата калия раствора хлорида натрия с концентрацией 0,1 моль/л. Для этого необходимо использовать раствор хлорида натрия с неистёкшим сроком годности, либо приготовить его из имеющегося в составе изделий стандарт-титра NaCl 0,1 моль/л.

Приготовление раствора хлорида натрия 0,1 моль/л.



Перед приготовлением раствора наружную поверхность флакона промойте дистиллированной водой. Затем содержимое флакона стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу на 1000 мл. Для этого в мерную колбу вставьте воронку, над воронкой осторожно снимите крышку с флакона и высыпьте содержимое через воронку в колбу. Промойте дистиллированной водой над воронкой внутреннюю поверхность крышки и флакона до полного перенесения вещества. Добавьте в колбу дистиллированную воду до 2/3 объёма и перемешайте содержимое колбы до полного раство-

рения хлорида натрия. Доведите объём раствора в колбе до метки дистиллированной водой и перемешайте. Раствор перелейте в подходящую ёмкость и герметично закройте. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке. Срок годности раствора — 1 год.

Установление точной концентрации раствора нитрата серебра (титранта) (приблизительно 0,028 моль/л экв.). Для определения точной концентрации нитрата серебра используйте результаты двух параллельных титрований в конических колбах вместимостью 100 мл. Для этого в каждую из двух конических колб поместите градуированной пипеткой по 5,0 мл раствора хлорида натрия 0,1 моль/л, добавьте цилиндром по 45 мл дистиллированной воды и по 10–15 капель раствора хромата калия. Содержимое колб перемешайте (раствор в колбах окрашивается в лимонно-жёлтый цвет). Далее содержимое каждой колбы титруйте раствором нитрата серебра до перехода окраски раствора от лимонно-жёлтой до жёлто-буровой.

Определите объёмы раствора нитрата серебра, прошедшие на титрование V_1 и V_2 (в мл). Расхождения в объёмах раствора нитрата серебра, израсходованных на титрование, должны быть не более 0,1 мл, в противном случае повторите титрование. За результат титрования примите среднее арифметическое значение:

$$V_{CP} = \frac{V_1 + V_2}{2}.$$

Далее рассчитайте концентрацию раствора нитрата серебра C_{HC} , в моль/л по формуле (24):

$$C_{HC} = \frac{C \times V}{V_{CP}}, \quad (24)$$

где C — концентрация раствора хлорида натрия 0,1 моль/л;

V — объём раствора хлорида натрия 0,1 моль/л, взятый для титрования, 5,0 мл;

V_{CP} — среднее значение объёма раствора нитрата серебра, прошедшего на титрование, мл.

ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб воды и пара проводится в соответствии с п. 9 настоящего руководства.

Для отбора проб используются бутыли из полимерного материала или стекла.

В зависимости от предполагаемого содержания хлоридов отбирается проба для анализа в количестве согласно табл. 16.

Таблица 16

Объём пробы при анализе хлорид-иона в котловой воде

Предполагаемое содержание хлоридов, мг/л (мг/кг)	Объём пробы, мл
10–50	100
50–100	50
Св. 100	25

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1.

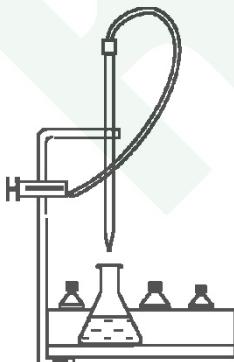
Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой. Налейте в склянку пробу воды в соответствии с табл. 16.

2.

Добавьте полимерной пипеткой 2 капли раствора фенолфталеина. Если раствор в колбе приобрёл розовую окраску, добавьте по каплям раствор серной кислоты 0,1 моль/л экв. до исчезновения окраски.

3.

Добавьте полимерной пипеткой раствор хромата калия в зависимости от объёма пробы: 1 мл при объёме пробы 100 мл и 0,5 мл при объёме пробы 25–50 мл. После добавления хромата калия раствор в колбе перемешайте.

4.

Постепенно титруйте пробу раствором нитрата серебра при постоянном перемешивании до появления неисчезающей жёлто-буровой окраски. Определите объём раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование (V_t , мл).

5.

Концентрацию хлорид-ионов ($C_{ХЛ}$) в мг/л (мг/кг) рассчитайте по формуле (25):

$$C_{ХЛ} = \frac{(V_{HC} - 0,2) \times C_{HC} \times 35,5 \times 1000}{V_{ПР}}, \quad (25)$$

где V_{HC} — объём раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование, мл;

0,2 — поправочный коэффициент на окраску раствора в точке эквивалентности, мл;

C_{HC} — концентрация раствора нитрата серебра, моль/л;

35,5 — эквивалентная масса хлорид-иона, г/моль;

1000 — коэффициент пересчёта из г/л в мг/л;

$V_{ПР}$ — объём пробы, взятый на анализ, мл.

Пример 1. На титрование 100 мл пробы котловой воды израсходовано 2,1 мл раствора нитрата серебра 0,0282 моль/л. Концентрация хлоридов в анализируемой воде составила:

$$C_{ХЛ} = \frac{(2,10 - 0,20) \times 0,0282 \times 35,5}{100} \times 1000 = 19,0 \text{ мг/л.}$$

Пример 2. На титрование 50 мл пробы котловой воды израсходовано 3,2 мл раствора нитрата серебра с концентрацией 0,0282 моль/л. Концентрация хлоридов в анализируемой воде составила:

$$C_{ХЛ} = \frac{(3,2 - 0,2) \times 0,0282 \times 35,5}{50} \times 1000 = 60,0 \text{ мг/л (мг/кг).}$$

10.20.2 Определение хлорида с применением иономера И-510

В практике аналитического химического контроля находит широкое применение ионометрическое определение хлорид-иона. Отечественная промышленность выпускает несколько приборов, успешно применяемых при измерениях хлорид-иона в широком диапазоне концентраций при эксплуатации теплоэнергетического оборудования, водоподготовке и в других промышленных технологиях по основному профилю водопотребляющих предприятий. Применение портативных иономеров при контроле концентраций хлорид-иона

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

хорошо подходит для экспресс-контроля и успешно сочетается с химическими методами контроля (ПНД Ф 14.2:4.86, РД 52.24.361-2008)



В составе некоторых модификаций портативных лабораторий ВХЭЛ и других лабораторий может быть предусмотрен иономер (преобразователь ионометрический) типа И-510 с электродами ЭЛИТ-261-10 либо ХС-001. Технические данные на иономеры И-510 (И-500), порядок применения и обслуживания прибора — в соответствии с прилагаемой к прибору паспорту и инструкцией предприятия-изготовителя.

Измерения концентрации хлорид-иона в пробах воды выполняются по методике, указанной в сопроводительной документации к прибору, с характеристиками согласно паспортным данным на прибор.

10.21 Щёлочность общая

Щёлочность воды характеризует содержание соединений, способных реагировать с водородными ионами. К таким соединениям относятся гидроокиси щелочных металлов, карбонаты, гидрокарбонаты и фосфаты щелочных и щёлочноземельных металлов, а также соли других слабых кислот. Щёлочность является важным показателем, связывающим ряд других показателей в рамках применяемого водно-химического режима, и подлежит обязательному определению согласно принятому плану контроля как при эксплуатации теплоэнергетического оборудования, так и при проведении водоподготовки.

Щёлочность воды выражается в ммоль/кг экв. и численно равна количеству миллилитров раствора кислоты 0,1 моль/л экв., израсходованному на титрование 100 мл воды до соответствующей точки эквивалентности.

Щёлочность котловой воды также может выражаться щёлочным числом, которое соответствует содержанию в пробе щелочных соединений в пересчёте на количество гидроксида натрия, эквивалентное количеству израсходованной на титрование кислоты. При таком способе выражения щёлочное число равно произведению щёлочности воды на эквивалентную массу NaOH (равна 40 г/моль) и выражается как мг/л по NaOH.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Определение щёлочности является титриметрическим (РД 24.031.120-91, РД 24.032.01-91, РД 34.37.523.7-88) и основано на титровании растворённых в воде щелочных соединений раствором кислоты в присутствии индикаторов, меняющих свою окраску в зависимости от реакции среды.

В зависимости от вида анализируемой воды и предполагаемого уровня значения щёлочности при анализе данный метод применяется в конкретной модификации. Для определения щёлочности используются растворы соляной кислоты с точно известными значениями концентраций (0,1 и 0,01 моль/л) и индикаторы фенолфталеин, метиловый оранжевый или смешанный.

При анализе *исходной, известкованной, катионированной и питательной воды* титрование выполняется с индикаторами метиловым оранжевым (вместо него также может использоваться смешанный индикатор) и фенолфталеином при использовании в качестве титранта раствора соляной кислоты 0,1 моль/л. В данной модификации метода определяются значения общей щёлочности в диапазоне 0,1–5,0 ммоль/кг экв. При этом при титровании с фенолфталеином определяется щёлочность по фенолфталеину ($Ш_f$), а при титровании с метиловым оранжевым — общая щёлочность ($Ш_{общ}$). Величина $Ш_{общ}$ условно характеризует суммарное содержание в воде бикарбонатов, карбонатов, гидратов, 2/3 ортофосфатов и гуматов, в то время как $Ш_f$ — гидратов, 1/2 карбонатов, 1/3 ортофосфатов и гуматов.

10 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

При анализе **котловой воды** титрование проводят со смешанным индикатором для вод, имеющих значительную цветность, а также при титровании в условиях электрического (не дневного) освещения, при использовании в качестве титранта раствора соляной кислоты 0,1 моль/л. В данной модификации определяются значения общей щёлочности в диапазоне 0,1–5,0 ммоль/кг экв.

При анализе воды **типа конденсата** титрование проводят со смешанным индикатором или с индикатором метиловым оранжевым при использовании в качестве титранта раствора соляной кислоты 0,01 моль/л. В данной модификации определяются значения общей щёлочности менее 0,2 ммоль/кг экв.

Данные по изменению окраски индикаторов в зависимости от pH среды приведены в табл. 17.

Таблица 17

Изменение окраски индикатора в зависимости от pH среды

Индикаторы	Окраска при реакции среды			Интервал перехода, ед. pH
	кислой	щелочной	нейтральной	
Фенолфталеин	Бесцветная	Розовая	Бесцветная	8,2–10
Метиловый оранжевый	Розовая	Жёлтая	Оранжевая	3,1–4,4
Смешанный	Фиолетовая	Зелёная	Грязно-серая	4,2–6,2

При необходимости пересчёта результата анализа щёлочности из ммоль/кг экв. в мг/л (мг/кг) по NaOH полученное значение щёлочности умножается на 40 (эквивалентную массу NaOH). В частности, 0,1–5,0 ммоль/л экв. (ммоль/кг экв.) = 4–200 мг/л (мг/кг).

Объём пробы для анализа в зависимости от модификации метода составляет от 25 до 100 мл, продолжительность выполнения анализа — не более 25 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАГЕНТЫ

Определение всеми приведёнными методами выполняется с использованием оборудования из состава лаборатории ВХЭЛ, тест-комплекта «Щёлочность КВ».

Посуда, принадлежности: пипетки градуированные вместимостью 2 и 10 мл; шприц-дозатор вместимостью 10 мл; стойка-штатив; соединительная трубка; коническая колба вместимостью 250 мл; колба мерная вместимостью 100 мл; пипетки полимерные.

Примечание. Конические колбы, необходимые для проведения анализа, размещены на внутренней стороне дверцы укладки ВХЭЛ.

Реагенты, растворы, материалы: раствор индикатора фенолфталеина; раствор индикатора метилового оранжевого; раствор соляной кислоты 0,1 моль/л; раствор соляной кислоты 0,01 моль/л; раствор смешанного индикатора.

ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб воды и пара проводится в соответствии с п. 9 настоящего руководства.

Для отбора проб при анализе щёлочности используются пробоотборники из полимерного материала и стекла. Отобранные пробы следует анализировать на месте отбора проб в течение не более 3 ч (особенно для проб с высокой концентрацией растворённых газов).

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к определению общей щёлочности состоит в приготовлении израсходованного раствора соляной кислоты 0,01 моль/л. Потребитель готовит его самостоятельно, используя раствор соляной кислоты 0,1 моль/л из состава изделия.

Приготовление раствора соляной кислоты 0,01 моль/л

Поместите 10 мл раствора соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/л с помощью градуированной пипетки в мерную колбу вместимостью 100 мл, доведите объём раствора до метки дистиллированной водой. Раствор перемешайте. Приготовленный раствор поместите в соответствующий освободившийся флакон из состава изделия.



Срок годности раствора соляной кислоты 0,01 моль/л — 3 месяца.

10.21.1 Титриметрическое определение общей щёлочности исходной, известкованной, катионированной и питательной воды

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

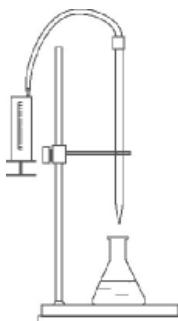
1.

Налейте в коническую колбу вместимостью 250 мл анализируемую воду до метки «100 мл».



2.

Добавьте полимерной пипеткой 3–4 капли раствора фенолфталеина, раствор перемешайте.

**3.**

В случае появления розовой окраски раствора постепенно титруйте пробу, используя стойку-штатив и градуированную пипетку со шприцем-дозатором, раствором соляной кислоты 0,1 моль/л до обесцвечивания раствора. Определите объём соляной кислоты, израсходованный на титрование по фенолфталеину (V_T , мл).

Примечание. Обязательно перемешивайте раствор при титровании!

Количество миллилитров раствора соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/л, израсходованное на титрование по фенолфталеину, численно равно щёлочности воды по фенолфталеину (Щ_ϕ , ммоль/кг экв.).

Примечание. Если проба после добавления фенолфталеина не окрасилась, продолжите титрование по п. 4.

**4.**

Добавьте полимерной пипеткой в колбу 3–4 капли раствора индикатора метилового оранжевого (либо смешанного индикатора) и продолжайте титрование до изменения окраски от жёлтой до оранжево-розовой (при титровании в присутствии смешанного индикатора — от зелёной до фиолетовой).

Определите значение общей щёлочности анализируемой воды ($\text{Щ}_{\text{общ}}$, ммоль/кг экв.), которое численно равно количеству миллилитров раствора соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/л, израсходованной суммарно на титрование пробы по фенолфталеину и метиловому оранжевому.

Значение общей щёлочности анализируемой воды ($\text{Щ}_{\text{общ}}$, ммоль/кг экв.) можно рассчитать по формуле (26):

$$\text{Щ}_{\text{общ}} = \frac{V_T \times H \times 1000}{V_{\text{пп}}} = \frac{V_T \times 0,1 \times 1000}{100} = V_T, \quad (26)$$

где V_T — объём раствора соляной кислоты 0,1 моль/л, израсходованный на титрование, мл;

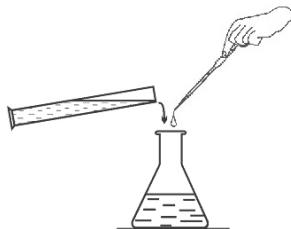
H — концентрация титрованной соляной кислоты 0,1 моль/л;

$V_{\text{пп}}$ — объём пробы воды, взятой на анализ, 100 мл;

1000 — коэффициент пересчёта единиц измерения из моль в ммоль.

10.21.2 Титриметрическое определение общей щёлочности производственных вод

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



1.

Произведите разбавление пробы котловой воды дистиллированной водой. Для этого налейте в коническую колбу вместимостью 250 мл с помощью цилиндра 25 мл или 50 мл котловой воды, разбавьте до 100 мл дистиллированной водой. К разбавленной пробе полимерной пипеткой добавьте 3–4 капли смешанного индикатора.



2.

Титуйте содержимое колбы раствором соляной кислоты 0,1 моль/л до изменения зелёной окраски индикатора на фиолетовую. Определите объём раствора соляной кислоты 0,1 моль/л, израсходованный на титрование (V_T , мл).

Примечание. Обязательно перемешивайте раствор при титровании!

3.

Рассчитайте значение общей щёлочности ($Ш_{общ}$ ммоль/кг экв.) по формуле (27):

$$Ш_{общ} = \frac{V_T \times H \times 1000}{V_{pp}} \times n = \frac{V_T \times 0,1 \times 1000}{100} \times n = V_T \times n, \quad (27)$$

где V_T — объём раствора соляной кислоты 0,1 моль/л, израсходованный на титрование, мл;

H — концентрация раствора соляной кислоты 0,1 моль/л;

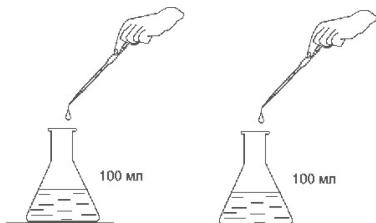
V_{pp} — объём пробы воды, взятой на анализ, 100 мл;

1000 — коэффициент пересчёта единиц измерения из моль в ммоль;

n — коэффициент разбавления пробы анализируемой котловой воды (составляет $n = 2$ для пробы объёмом 50 мл и $n = 4$ для пробы объёмом 25 мл).

10.21.3 Определение общей щёлочности воды типа конденсата

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

**1.**

Налейте в две конические колбы вместимостью 250 мл анализируемую воду до метки «100 мл».

Примечание. Применение двух колб в данном определении проводится для лучшего определения момента точки эквивалентности. При этом в **первой колбе** проводится титрование анализируемой пробы, а **вторая колба** используется в качестве раствора-свидетеля, показывающего окраску холостой (нетитрованной) пробы.

2.

Добавьте полимерной пипеткой в каждую колбу по 3–4 капли раствора метилового оранжевого или смешанного индикатора.

**3.**

Титуйте пробу в первой колбе раствором соляной кислоты 0,01 моль/л до изменения окраски по сравнению со второй колбой, служащей свидетелем. Сравнение проводите на белом фоне при достаточном освещении. Определите объём раствора соляной кислоты на титрование (V_T , мл).

Примечание. При титровании пробы в присутствии индикатора метилового оранжевого титуйте пробу со свидетелем до перехода окраски от жёлтой до оранжево-розовой, в случае использования смешанного индикатора — от зелёной до фиолетовой.

4.

Рассчитайте значение щёлочности ($\text{Щ}_{\text{общ}}$, ммоль/кг экв.) по формуле (28):

$$\text{Щ}_{\text{общ}} = \frac{V_T \times H \times 1000}{V_{\text{пп}}} = \frac{V_T \times 0,01 \times 1000}{100} = V_T \times 0,1 \quad (28)$$

где V_T — объём раствора соляной кислоты 0,01 моль/л, израсходованный на титрование, мл;

H — концентрация раствора соляной кислоты 0,01 моль/л;

$V_{\text{пп}}$ — объём пробы воды, взятой на анализ, 100 мл;

1000 — коэффициент пересчёта единиц измерения из моль в ммоль.

10.22 Щёлочность карбонатная (расчётно-графический метод)

Карбонатная щёлочность ($Ш_к$) определяется для подпиточной и сетевой воды для того, чтобы по номограммам (п. 10.6) найти нормируемую величину карбонатной жёсткости в зависимости от температуры воды.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ

Карбонатная щёлочность определяется расчётным методом по РД 24.031.120-91 на основании известных значений щёлочности по фенолфталеину ($Ш_\phi$) и общей щёлочности ($Ш_{общ}$), полученных в результате аналитического определения по п. 10.21.

ПРОВЕДЕНИЕ РАСЧЁТА

В зависимости от соотношения $Ш_\phi$ и $Ш_{общ}$ значение карбонатной щёлочности определяется приближённо по одной из формул (см. табл. 18).

Таблица 18

Определение карбонатной щёлочности в зависимости от соотношения значений щёлочности общей и по фенолфталеину

Соотношение $Ш_\phi$ и $Ш_{общ}$	Расчётное значение ($Ш_к$)
$Ш_\phi = 0$	$Ш_к = 0$
$Ш_\phi < 0,5Ш_{общ}$	$Ш_к = 2Ш_\phi$
$Ш_\phi = 0,5Ш_{общ}$	$Ш_к = Ш_{общ}$
$Ш_\phi > 0,5Ш_{общ}$	$Ш_к = 2(Ш_{общ} - Ш_\phi)$
$Ш_\phi = Ш_{общ}$	$Ш_к = 0$

Примечание. Расчёт по данным формулам допустим при содержании в исследуемой воде фосфатов не более 1 мг/л. При большем содержании фосфатов в исследуемой воде вводится поправка на величину щёлочности, обусловленную содержанием фосфатов.

11 ПРАВИЛА ХРАНЕНИЯ, ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ, УТИЛИЗАЦИИ



11.1 Лаборатории ВХЭЛ во всех модификациях проходят внутрилабораторный контроль и техническую приёмку, после чего изделия заверяются печатью производителя (ЗАО «Крисмас+»). Потребителю изделия поступают в опечатанном виде.

11.2 Изделие следует хранить в крытых вентилируемых помещениях, не допуская воздействия прямых солнечных лучей, в упакованном виде, в вертикальном положении, в прохладном месте, не ближе 1 м от отопительных приборов.

11.3 Запрещается хранить изделие вблизи нагревательного и отопительно-го оборудования, на открытом воздухе.

Допускается кратковременное воздействие отрицательных температур при хранении и транспортировании — не более 5 ч при температуре -5°C .



Следует иметь в виду, что условия хранения используемых реагентов и растворов являются важным фактором, влияющим на работоспособность анализа и правильность получаемых результатов.

11.4 При длительных перерывах в работе с ВХЭЛ следует периодически проверять условия хранения, герметичность и состояние упаковки флаконов с растворами и реагентами, входящих в составляющие изделие модули.

11.5 Рекомендуется хранение расходуемых материалов при пониженной температуре ($2\text{--}8^{\circ}\text{C}$) в затемнённых местах. В условиях длительного хранения изделия настоятельно рекомендуется обеспечить указанные условия хранения растворам и реагентам, имеющим сроки годности 1 год или менее (приведены в паспорте на изделие), перенеся их из штатных укладок в зону пониженной температуры.

11.6 Транспортирование изделий должно проводиться в закрытых и сухих транспортных средствах всеми видами транспорта при температуре от -1 до $+50^{\circ}\text{C}$. При авиаперевозках изделия размещаются в герметизированных отапливаемых отсеках.

11.7 Транспортирование изделий производится по правилам и в порядке согласно действующим положениям (приказам) соответствующих ведомств либо Правительства РФ.

11.8 При транспортировании и (или) хранении следует исключить длительное (свыше 1 недели) вероятное воздействие отрицательных температур, а также температур выше 40 °C.

11.9 Для транспортирования изделия (ВХЭЛ, включая его дополнительные модули и приборы) могут упаковываться в картонные, деревянные, фанерные и т. п. ящики, обеспечивающие сохранность изделия при выбранном способе транспортирования. Транспортная упаковка может выбираться по согласованию с потребителем.

11.10 В случаях если изделие транспортировалось или хранилось при отрицательных температурах, его следует выдержать при комнатной температуре в течение не менее 4 ч.

11.11 При транспортировке либо перемещении оборудования, склянки с реагентами и растворами и принадлежности следует располагать в укладочных ящиках на предусмотренных для них местах. Это позволит обеспечить надёжную доставку изделий для анализа к месту работы, исключить бой посуды и попадание внутрь контейнеров пыли и других загрязнений.

11.12 При транспортировании и погрузочно-разгрузочных работах должны соблюдаться меры предосторожности в соответствии с манипуляционными знаками.

11.13 Утилизация

11.13.1 Отработанные в ходе подготовительных и контрольных операций реактивы и растворы, а также отработанные растворы и растворы с истёкшим сроком годности подлежат утилизации. Порядок и правила утилизации, а также меры безопасности описаны в п. 8 настоящего руководства.

11.13.2 Использованные, исчерпавшие ресурс укладочные коробки, контейнеры, ящики-укладки, а также отработанные флаконы, посуду и принадлежности из состава изделий следует промыть от возможно содержащихся на них остатках химических реагентов, растворов и отработанных проб и далее утилизировать как твёрдые бытовые отходы.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

A. Справочная литература

1. Руководство по анализу воды. Питьевая и природная вода, почвенные вытяжки / под ред. канд. хим. наук А. Г. Муравьёва. — 5-е изд., перераб. и доп. — СПб. : «Крисмас+», 2021. — 360 с., илл.
2. Руководство по аналитическому химическому контролю при водо-подготовке и эксплуатации котлового оборудования / под ред. канд. хим. наук А. Г. Муравьёва. — СПб. : «Крисмас+», 2023. — 344 с., илл.

Б. Российские государственные и отраслевые стандарты

ГОСТ 12.1.007-76. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 20995-75. Котлы паровые стационарные давлением до 3,9 МПа. Показатели качества питательной воды и пара.

ГОСТ 26449.3-85. Установки дистилляционные опреснительные стационарные. Методы химического анализа соленых вод и дистиллята на содержание газов.

ГОСТ 30813-2002. Вода и водоподготовка. Термины и определения.

ГОСТ 31861-2012. Вода. Общие требования к отбору проб.

ГОСТ 33045-2014. Вода. Методы определения азотсодержащих веществ.

ГОСТ Р 52501-2005 (ИСО 3696:1987). Вода для лабораторного анализа. Технические условия.

ГОСТ Р 55682.12-2013/ЕН 12952-12:2003. Котлы водотрубные и котельно-вспомогательное оборудование. Часть 12. Требования к качеству питательной и котельной воды.

ИСО 7027:1999. Качество воды. Определение мутности.

В. Методики количественного химического анализа (ПНД Ф, РД) и методические указания по анализу вод (МУ)

МВИ-07-149-14 (ФР.1.31.2015.20757). Методика выполнения измерений массовой концентрации нитрит-ионов в пробах питьевой и природных вод фотометрическим методом на основе тест-комплекта «Нитриты».

ПНД Ф 14.1:2.3-95. Методика выполнения измерений массовой концентрации нитрит-ионов в природных и сточных водах фотометрическим методом с реагентом Грисса (изд. 2004 г.).

ПНД Ф 14.1:2:4.154-99. Методика выполнения измерений перманганатной окисляемости в пробах питьевых, природных и сточных вод титриметрическим методом.

ПНД Ф 14.1:2:4.163-2000. Методика выполнения измерений массовых концентраций сульфитов и тиосульфатов в питьевых природных и сточных водах титриметрическим методом.

ОСТ 34-70-953.1-88 ВПТЭ. Метод отбора проб.

ОСТ 34-70-953.2-88 ВПТЭ. Метод приготовления очищенной воды для химических анализов.

ОСТ 34-70-953.4-88 ВПТЭ. Метод определения железа.

ОСТ 34-70-953.6-88 ВПТЭ. Метод определения кремниевой кислоты.

ОСТ 34-70-953.17-90 ВПТЭ. Метод определения нитритов.

ОСТ 34-70-953.21-91 ВПТЭ. Метод определения свободной угольной кислоты.

ОСТ 34-70-953.23-92 ВПТЭ. Методы определения кислорода.

ОСТ 34-70-953.27-99 ВПТЭ. Метод определения прозрачности.

ОСТ 108.030.04-80. Устройство для отбора проб пара и воды паровых стационарных котлов. Типы, конструкция, размеры и технические требования.

ОСТ 108.034.03-81. Котлы паровые утилизаторы и энерготехнологические. Организация водно-химического режима и методы его измерения и контроля.

ОСТ 5Р.4049-82. Установки энергетические судовые. Водоподготовка. Термины и определения воды и показателей её качества.

МУ 08-47/180 (ФР.1.31.2019.32496). Методические указания 0100241-2013/31-290-2018). Методика измерений массовой концентрации железа в теплоэнергетических водах фотометрическим и электрохимическим методами.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

МУ 08-47/223 (ФР.1.31.2009.06231) ВПТЭ. Метод определения массовой концентрации свободной угольной кислоты.

МУ 08-47/227 (ФР.1.31.2009.06230) ВПТЭ. Фотометрический метод определения массовой концентрации кремниевой кислоты.

МУ 08-47/237 МВИ. концентрации кислорода в теплоэнергетических, поверхностных, подземных водах и водах для заводнения нефтяных пластов йодометрическим, визуально-колориметрическим и электрохимическим методами.

МУ 08-47/238 (ФР.1.31.2010.07524). Воды теплоэнергетические. Методы определения массовой концентрации хлоридов.

РД 24.031.120-91. Методические указания. Нормы качества сетевой и подпиточной воды водогрейных котлов, организация водно-химического режима и химического контроля.

РД 24.031.121-2012. Методические указания. Оснащение паровых стационарных котлов устройствами для отбора проб пара и воды.

РД 24.032.01-91. Методические указания. Нормы качества питательной воды и пара, организация водно-химического режима и химического контроля паровых стационарных котлов-utiлизаторов и энерготехнических котлов.

РД 34.37.523.7-88 ВПТЭ. Метод определения щёлочности.

РД 34.37.523.8-88 ВПТЭ. Метод определения жёсткости.

РД 34.37.523.12-90 ВПТЭ. Метод определения аммонийного азота.

РД 52.24.380-2017. Массовая концентрация нитратного азота в водах. Методика измерений фотометрическим методом с реагентом Грисса после восстановления в кадмииевом редукторе.

РД 52.24.361-2008. Массовая концентрация хлоридов в водах. Методика выполнения измерений потенциометрическим методом с ионселективным электродом.

РД 52.24.515-2019. Массовая концентрация диоксида углерода в поверхностных водах суши. Методика выполнения измерений титриметрическим и расчетным методами.

РТМ 24.030.24-72. Котлы паровые низкого и среднего давления. Организация и методы химического контроля за водно-химическим режимом.

Приложение 1
(рекомендуемое)

**Дополнительные средства оснащения при аналитическом химическом контроле с применением портативных изделий
ЗАО «Крисмас+»**

№ заказа / артикул		Портативные лаборатории, тест-комплекты, наборы*
3.121		Настольная лаборатория анализа воды НКВ-12.1 «Вода природная и водоподготовка» (3 модификации)
–		Тест-комплекты для химического анализа воды (табл. П1)
6.175		Набор для отбора и переноски проб при водно-химическом анализе (Набор ООП) (приложение 2)
6.173		Набор для приготовления очищенной воды для химического анализа (Набор ВХА) (приложение 3)
6.211		Набор посуды для химического анализа многофункциональный (приложение 4)
Реактивы и реагенты		
–		Аммиак ГОСТ 3760
–		Кислота азотная ГОСТ 4461
–		Кислота соляная х.ч. ГОСТ 3118
–		Кислота серная концентрированная ГОСТ 4204
–		Анионит АВ-17 ГОСТ 20301
–		Катионит КУ-2-8 ГОСТ 20-298
–		Комплекты пополнения к портативному оборудованию производства ЗАО «Крисмас+»
Лабораторное оборудование и средства измерения		
–		Баня водяная
–		Ведёрко для отбора проб для определения содержания кислорода
–		Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева ГОСТ 14919
–		Склейки БПК (150–250 мл)
Посуда мерная и лабораторная		
–		Бюretка 3-2-25-0,1;1-2-2-0,01; 1-2-25-0,1; 1-2-100-0,2 ГОСТ 20292 и др.
–		Колба коническая Кн-1-250 (500,1000)-29/32 ГОСТ 25336
–		Колба мерная 2-25 (50,100, 250, 1000)-2 ГОСТ 1770
–		Пипетка градуированная 6 (7)-1 (2, 5,10) ГОСТ 20292 и др.
–		Склейка БПК вместимостью 150 мл 29/22 – 14/15
–		Цилиндр мерный 3-50-2; 3-100-2 ГОСТ 1770

Приложение 1

Окончание таблицы

№ заказа / артикул	Портативные лаборатории, тест-комплекты, наборы*
Приборы контроля воды**	
–	pH-метр (pH 410, МАРК-901)
–	Иономер И-510 (И-500)
–	Кондуктометр (ЭКСПЕРТ-002-2-6-н, МАРК-603, АНИОН-7025, АНИОН-7020, DIST 2)
–	Кислородомеры (МАРК-302 Т, АНИОН-7040, АКПМ-1-02Т, АКПМ-02Т)
3.300	Набор-укладка для фотоколориметрирования Экотест-2020-К или аналогичного типа, с набором кювет от 10 до 100 мм

* Полный перечень портативных изделий ЗАО «Крисмас+» для химического анализа см. https://shop.christmas-plus.ru/catalog/oborudovanie_dlya_analiza_vody/

** Приборы в состав изделий по согласованию с потребителем могут поставляться в укладочных контейнерах — укладках с ложементами, включающими прибор, датчик либо электрод (если предусмотрены) с резервной заменой, адаптер и другие входящие в состав поставки производителя средства и документация, а также дополнительные принадлежности, образцы для калибровки и др.

Таблица П1

**Основная номенклатура тест-комплектов
для аналитического химического контроля***

№ заказа (артикул)	Наименование	№ заказа (артикул)	Наименование
6.143	Активный хлор	6.180	Общая жёсткость ОЖ-1 (капельное титрование)
6.151	Алюминий	6.183	Общая жёсткость (объёмное титрование)
6.148	Аммоний	6.147.2	Жёсткость кальциевая КВ
6.148.2	Аммиак КВ	6.183.2	Общая жёсткость КВ
6.158	Гидразин	6.146	Окисляемость перманганат- ная
6.196	Двуокись углерода агрессив- ная	6.160	pH (водородный показатель)
6.195	Двуокись углерода свобод- ная	6.148.4	pH, Аммоний
6.171	Двуокись углерода в воде	6.160.2	pH-КВ
6.190	Железо общее	6.148.3	pH, ОЖ, Аммоний
6.147	Кальций	6.081.2	Кислород КВ
6.170	Карбонаты, щёлочность	6.081	Кислород растворённый (РК-БПК)
6.176	Кислотность	6.168	Сероводород и сульфиды
6.172	Кремниевая кислота КВ	6.142	Сульфаты
6.179	Кремний	6.141	Сульфиты КВ
6.192	Марганец	6.240	Фосфаты
6.150	Масла и нефтепродукты в воде	6.240.2	Фосфаты КВ
6.191	Медь	6.144	Хлориды
6.153	Прозрачность и мутность	6.144.2	Хлориды КВ
6.145	Нитраты	6.193	Цинк
6.149	Нитриты	6.154	Щёлочность КВ

* Полный перечень тест-комплектов для химического анализа воды доступен на интернет-сайте ЗАО «Крисмас+»:

https://shop.christmas-plus.ru/catalog/test_komplekty_dlya_analiza_kotlovoy_vody/,
https://shop.christmas-plus.ru/catalog/test_komplekty_dlya_analiza_vody/.

Приложение 2

(справочное)

Набор для отбора и переноски проб при водно-химическом анализе (набор ОПП)



а



б



в

Набор для отбора и переноски проб при аналитическом химическом контроле (набор ОПП, рисунок, *а*) представляет собой подборку средств: посуды, материалов, принадлежностей, уложенных в контейнер из прочного полимерного материала, с замком и ручкой для переноски.

Набор предназначен для отбора, переноски и хранения проб производственных вод тепловых электростанций, котельных, систем водоподготовки и т. п. при их доставке к месту последующего химического анализа с применением портативного или лабораторного оборудования (ОСТ 34-70-953.1-88).

Производственные воды могут быть представлены водами: исходной, очищенной, охлаждающей, теплофикационной, котловой, питательной, технологической, природной и др.

Набор ОПП позволяет удобно обращаться с пробами при их доставке к месту анализа. Содержит пробоотборные фляконы различных типов и вместимости, предусмотренные при отборе проб для химического анализа по методикам, приведённым в настоящем руководстве.

Посуда и материалы (рисунок, *б*): фляконы полиэтиленовые ВМ на 250 и 500 мл с пробками, фляконы полимерные на 100 мл с пробкой, склянки типа БПК на 150 мл, колбы конические с пришлифованной пробкой на 250 мл, шланг полимерный (1,5 м), шланг со стеклянным наконечником (1,0 м), тройник стеклянный.

Принадлежности (рисунок, *в*): ножницы, фонарик светодиодный с комплектом батареек, блокнот, этикетки самоклеящиеся, маркер, перчатки защитные.

Габаритные размеры (в упаковке) — не более 530 × 280 × 290 мм, масса — не более 4 кг. Номер заказа — 6.175.

Дополнительная информация:

https://shop.christmas-plus.ru/catalog/vspomogatelnoe_oborudovanie_/.

Приложение 3 (справочное)

Набор для приготовления очищенной воды для химического анализа (набор ВХА)



Укладка набора ВХА

насаждения и т. п. вод на содержание аммиака, железа, кремниевой кислоты и др., выполняемом с применением портативных изделий ЗАО «Крисмас+» (лаборатории ВХЭЛ, тест-комплекты «Кремниевая кислота КВ», «Железо КВ» и др.).

Набор ВХА применяется при работах по аналитическому химическому контролю при обеспечении технологий водоподготовки, при водно-химическом контроле на теплоэнергетических предприятиях (котельных, паросиловых хозяйствах, жилищно-коммунальных предприятиях и т. п.), в водопотребляющих производственных технологиях и др.

Метод химической очистки воды состоит в применении различных технологий фильтрации дистиллированной воды или конденсата через ионообменные смолы и фильтрующие материалы, в результате чего поглощаются катионы, анионы, органические примеси, а также задерживаются взвешенные нерастворимые частицы.

Имеющееся в наборе оборудование позволяет осуществить предварительную подготовку пробы воды для лабораторного анализа в соответствии с



Колонки ионообменные с набором крепежа в сборе

Приложение 3

ГОСТ Р 52501-2005, в том числе механическое фильтрование, катионирование, деионизацию и др.

Основу набора ВХА составляют компактные лабораторно-промышленные ионообменные колонки, а также необходимые для их заполнения ионно-обменные смолы и фильтрующие материалы. Набор монтируется потребителем к неподвижной поверхности с применением прилагаемого комплекта крепежа.

Набор применим в лабораторных и производственных условиях (в том числе судовых), при температуре окружающего воздуха от 5 до 50 °С (температура питательной воды — от 10 до 40 °С) в соответствии с прилагаемой документацией.

Технические данные

Массогабаритные данные:

Состав набора	Габаритные размеры, мм	Масса, не более, кг
Укладка набора	530 × 280 × 290	6,5
Колонки ионообменные	900 × 150 × 150	1,0
Комплект крепежа	240 × 120 × 90	1,5

Скорость фильтрования (оптимальная производительность) — 10 л/ч.

Срок службы набора составляет 3 года (предусмотрено использование комплекта пополнения 6.173 КП).

Средний срок службы колонок — не менее 10 лет.

Регенерацию фильтрующего материала производить в случае, если УЭП очищенной воды на выходе модуля, приведенная к 25 °С, превышает 0,065 мкСм/см по методике на соответствующие смолы.

Замену фильтрующего материала в колонках производить в случае невозможности проведения регенерации.

Для контроля качества очищенной воды рекомендуется использовать кондуктометр типа МАРК 603 с датчиком ДП-015.

Состав поставляемых модификаций изделия «Набор ВХА» приведён в таблице.



Кондуктометр типа МАРК 603
с датчиком ДП-015.

Модификация изделия (№ заказа / артикул)	Состав поставляемого оборудования
Набор ВХА (6.173)	1 Набор для приготовления очищенной воды в контейнере-укладке (набор ВХА), в том числе реагенты и растворы, ионообменные смолы и другие материалы, посуда, принадлежности, документация. 2 Колонка ионообменная (3 шт.). 3 Комплект крепежа
Набор ВХА с прибором (Набор ВХА-П) (6.173.1)	1 Набор ВХА (6.173). 2 Кондуктометр типа МАРК 603 с датчиком ДП-015
Набор ВХА с прибором и дополнительными модулями (Набор ВХА-ПМ) (6.173.2)	1 Набор ВХА-П (6.173.1). 2 Посуда и принадлежности для подготовки сорбентов. 3 Комплект пополнения к набору ВХА (6.173 КП)

Комплектность изделия может быть изменена по условиям поставки.

Дополнительная информация:

https://shop.christmas-plus.ru/catalog/vspomogatelnoe_oborudovanie_/.

Приложение 4
(справочное)

**Набор посуды многофункциональный (набор МФ)
и его модификации**



Набор посуды для химического анализа многофункциональный (далее также — набор МФ) и его модификации представляют собой подборку разнообразной стеклянной и пластмассовой мерной и лабораторной посуды, типовой для любой современной лаборатории, занимающейся химическим анализом или приготовлением химических растворов. Предназначен для использования в ходе проведения химического анализа и подготовки к нему в соответствии с методиками проведения лабораторных работ: для приготовления растворов, измерения и дозирования объёмов жидкостей; построения градуировочных характеристик и шкал окрашенных имитационных растворов; титрования проб и т. п.

Использование наборов создаёт дополнительные удобства при работе с портативными лабораториями, тест-комплектами и измерительными комплектами производства ЗАО «Крисмас+».

Входящие в состав наборов посуда и оборудование применяются в соответствии с методиками анализа и других химико-аналитических работ.

Наборы посуды поставляются в 5 модификациях:

- набор МФ — наиболее полная подборка мерной и лабораторной посуды;
- набор МФ-М — подборка мерной посуды;
- набор МФ-Л — подборка лабораторной посуды;

- набор МФ-0,5-1 — подборка мерной и лабораторной посуды вместимостью от 0,5 до 1 л;
- набор МФ-Р — подборка мерной посуды для применения совместно с тест-комплектами и ранцевыми лабораториями.

Массогабаритные характеристики набора в его модификациях приведены в таблице.

Модификация / (№ заказа / артикул)	Масса общая, кг, не более	Габаритные размеры	Укладка, количество мест
Набор посуды МФ (полный) (6.211)	15	600 × 400 × 280	1 (2)*
Набор МФ-М (мерная посуда) (6.211.1)	4	400 × 300 × 120	2**
Набор МФ-Л (лабораторная посуда) (6.211.2)	4	400 × 300 × 120	1
Набор МФ-0,5-1 (мерная и лабораторная посуда вместимостью 0,5–1 л) (6.211.3)	3	400 × 300 × 120	1
Набор МФ-Р (мерная посуда для тест-комплектов и ранцевых лабораторий) (6.211.4)	3	400 × 300 × 120	1

* Штатив ШЛБ может поставляться в отдельной коробке размером 760 × 225 × 70 мм.

** Бюretки поставляются отдельно в специальном футляре картонном цилиндрическом D = 41 мм, L = 650 мм, масса не более 0,5 кг.

Состав оборудования

Набор МФ: содержит посуду, оборудование, материалы и документацию, входящие в состав наборов всех модификаций.

Набор МФ-М: бюretки (с оливой), колбы мерные с пробкой, пипетки градуированные, пипетка Мора, пипетки полимерные (Пастера), пробирки мерные с притёртой пробкой, цилиндры мерные, штатив для пробирок, шприцы-дозаторы, самоклеящиеся этикетки, документация (паспорт на набор, сертификаты).

Набор МФ-Л: воронки лабораторные, колбы конические, пробирки лабораторные, склянки с метками, стаканы стеклянные объёмом до 0,5 л, бюксы стеклянные, палочки стеклянные, пипетки полимерные (Пастера), штатив для

Приложение 4

пробирок, самоклеящиеся этикетки, документация (паспорта на лабораторную посуду, паспорт на набор).

Набор МФ-05-1: колбы мерные с пробкой вместимостью 1000 мл, стаканы стеклянные вместимостью 1 л, цилиндры мерные вместимостью 500 мл, самоклеящиеся этикетки, документация (паспорт на набор, паспорт на лабораторную посуду, сертификаты, свидетельства).

Набор МФ-Р: колба мерная с пробкой вместимостью 1000 мл, пипетки градуированные на 1, 2, 5 и 10 мл, цилиндры мерные на 25, 50 и 100 мл, самоклеящиеся этикетки, документация (паспорт на набор, сертификаты, свидетельства).

Предметы посуды поставляются в картонных коробках и футлярах, плотно уложенных в транспортные коробки из гофрокартона с амортизационным заполнением, что позволяет доставить продукцию потребителю без повреждений.

Подробнее о составе наборов см.:

https://shop.christmas-plus.ru/catalog/vspomogatelnoe_oborudovanie__/_nabor_posudy/.

ЛАБОРАТОРНОЕ И УЧЕБНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

ПРОИЗВОДСТВО И ПОСТАВКИ

30-летний опыт
проектирования и оснащения лабораторий

Система менеджмента качества продукции
согласована на соответствие требованиям
международного стандарта ISO 9001.

Крисмас®

shop.christmas-plus.ru
christmas-plus.ru
кристмас.рф



Группа компаний «Крисмас»
является российским
производителем.

Вся продукция производится
из отечественного сырья
и комплектующих, что обеспечивает
выгодные для покупателей цены.
Оборудование ГК «Крисмас» – гарантия
минимальных затрат при достаточной
достоверности результатов химического
анализа.

ПРЕИМУЩЕСТВА ОБОРУДОВАНИЯ ГК «КРИСМАС»:

- простое в использовании;
- портативное и удобное для переноски;
- не потребляет электроэнергию.

Имеет сертификаты соответствия.
Полностью соответствует требованиям
нормативных документов.



Оборудование для газового анализа, анализа воды (в том числе котловой), почвы, нефти и нефтепродуктов, санитарно-пищевого контроля

Лаборатории химического контроля и разведки

Судовые лаборатории

Лабораторное оборудование и приборы

Передвижные (мобильные) лаборатории

Лабораторная, офисная мебель

Нормативно-методические и справочные документы

ГАРАНТИЙНОЕ И ПОСТГАРАНТИЙНОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ
РАССРОЧКА ОПЛАТЫ
МИНИМАЛЬНЫЕ СРОКИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ



191119 Санкт-Петербург, ул. Константина Заслонова, дом 6
Тел./факс: +7 (812) 575-50-81, 575-55-43, 575-54-07, 575-57-91
8 (800) 302-92-25 – звонок по России бесплатный
Факс: (812) 325-34-79
E-mail: info@christmas-plus.ru
Сайты: shop.christmas-plus.ru, christmas-plus.ru, кристмас.рф,
center-souz.ru

Офис продаж в Москве:
127247 Москва,
Дмитровское шоссе, д. 96, корп. 2
Тел.: +7 (917) 579-66-02
E-mail: n-chernyh@christmas-plus.ru
Сайт: ecologlab.ru



Оснащение аналитического химического контроля на промышленных предприятиях



Портативное оборудование для контроля параметров воды используется:

в технологиях водоподготовки (химводоочистки, кондиционирования, химобработки);

на предприятиях различного профиля, для которых характерно промышленное водопотребление в соответствии с технологией производства различных отраслей;

при эксплуатации котлового и теплофикационного оборудования, паросиловых хозяйств промышленных и энергетических предприятий, жилищно-коммунальных хозяйств, на объектах транспорта (суда, береговые объекты) и др.

Контролируемые воды: воды природные, воды в технологиях водоподготовки, холодного и горячего водоснабжения, подземные, артезианские; технологические (исходные, подпиточные, природные, после деаэратора, конденсаты, котловые, осветлённые, очищенные, сетевые, умягчённые, химически обработанные и др.).

Применяется:

- в цехах (участках) водоподготовки, предприятиях топливно-энергетического комплекса и ЖКХ, при эксплуатации судового оборудования и т.п.;
- для проведения операционного аналитического химического контроля, предусмотренного в процессах водоподготовки и при водно-химическом контроле котлового оборудования;
- сотрудниками служб лабораторного контроля, выполняющими работы по обеспечению операционного аналитического химического контроля;
- в профессиональном образовании по специальностям, связанным с химическим контролем воды, водных вытяжек и др.

Предусмотрены поставки с комплектами пополнения.

Обучение персонала:

<https://u-center.info/obuchenie/>



НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ
ОБЪЕДИНЕНИЕ
ЗАО «КРИСМАС+»

ПРОИЗВОДСТВО • ПОСТАВКИ • МОНТАЖ • ОБУЧЕНИЕ • СЕРВИСНОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ • КОНСАЛТИНГ



**Комплексное
оснащение
производственных,
научных
и учебных
лабораторий**

- Средства контроля водных сред и почвы (тест-системы, тест-комплекты, комплектные и ранцевые лаборатории, полевые и судовые лаборатории, анализаторы, pH-метры, кондуктометры, иономеры и расходные материалы, электроды, оборудование для отбора и пробоподготовки, государственные стандартные образцы и т. п.).
- Средства контроля воздуха, загрязнений атмосферы и промышленных выбросов, газовых смесей (индикаторные трубы, газоопределители, газоанализаторы и мини-экспресс-лаборатории, аспираторы и пробоотборные устройства, поверочные газовые смеси и т.п.).
- Средства контроля и анализа нефти и нефтепродуктов.
- Средства контроля санитарно-бактериологических и микробиологических параметров.
- Средства контроля физических параметров окружающей среды (измерители климатических параметров, освещенности, параметров электромагнитных полей, шума и вибрации, концентрации паров и т. п.).
- Средства дозиметрического и радиометрического контроля.
- Средства общелабораторного оснащения (микроскопы, терmostаты, лабораторные печи и шкафы, стерилизаторы, дистилляторы, лабораторные центрифуги и перемешивающие устройства, приборы для взвешивания, термометры, экстракторы, вибрационные устройства и принадлежности и т.п.).
- Лабораторные приборные комплексы (электронные микроскопы, фотометры, спектрометры и хроматографы, вспомогательное оборудование и т.п.).
- Вычислительная техника, периферийные устройства, программное обеспечение и оргтехника.
- Лабораторная, кабинетная мебель.
- Лабораторная посуда (посуда из стекла, фарфора, полипропилена, фторопласта).
- Химические реактивы и материалы.
- Лабораторные инструменты и принадлежности.
- Средства индивидуальной защиты.
- Передвижные мобильные лаборатории (комплектация по требованиям заказчика).
- Нормативно-методические и справочные документы в области лабораторной практики, охраны окружающей среды и условий труда, а также специальная учебная литература.

ЗАО «Крисмас+»
191119 Санкт-Петербург,
ул. Константина Заслонова, д. 6
тел. (812) 575-50-81, 575-57-91
факс: (812) 325-34-79
(круглосуточно)
E-mail: info@christmas-plus.ru

Крисмас[®]
ЛАБОРАТОРНАЯ
КАБИНЕТНАЯ
МЕБЕЛЬ

СОЮЗ
ЭКОЛОГО-
АНАЛИТИЧЕСКИЙ
ИНФОРМАЦИОННЫЙ
ЦЕНТР

Крисмас[®]
УЧЕБНЫЙ
ЦЕНТР

Санкт-Петербург
Крисмас[®]

УО
УЧЕБНОЕ
ОБОРУДОВАНИЕ



Производственно-практическое издание

**Муравьёв Александр Григорьевич, Субботина Ирина Васильевна,
Осадчая Нина Алексеевна и др.**

**ВОДНО-ХИМИЧЕСКАЯ ЭКСПРЕСС-ЛАБОРАТОРИЯ
(ВХЭЛ)**

Руководство по применению
РП 203-82182574-2023

Редактор, корректор *Я. А. Шаповалова*
Обложка *Ю. Н. Дрюков*
Компьютерная вёрстка *Ю. Н. Дрюков*

Подписано в печать 17.07.2023. Формат 60×90/16.

Усл. печ. л. 14. Тираж 300 экз.

Заказ .

ЗАО «Крисмас+».
191180, Санкт-Петербург, набережная реки Фонтанки, д. 102.

ЛАБОРАТОРНОЕ И УЧЕБНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

ПРОИЗВОДСТВО И ПОСТАВКИ

Крисмас®

christmas-plus.ru

кристмас.рф

shop.christmas-plus.ru

Оборудование
для аналитического
химического контроля
при водоподготовке
и эксплуатации
котельного оборудования:

- Водно-химические лаборатории
- Тест-комплекты
- Приборы контроля параметров воды
- Сервисное и вспомогательное оборудование и др.

представлены в нашем интернет-магазине shop.christmas-plus.ru

https://shop.christmas-plus.ru/catalog/oborudovanie_dlya_analiza_kotlovoy_vody/



Контакты:

Отдел продаж ГК «Крисмас»

191119, Санкт-Петербург, ул. К. Заслонова, д. 6

Тел.: +7 (812) 575-50-43, 575-55-43,
575-57-91, 575-54-07

Тел.: +7 (800) 302-92-25, бесплатный звонок по России
E-mail: info@christmas-plus.ru

Производственно-лабораторный комплекс ГК «Крисмас»

191180, Санкт-Петербург, наб. реки Фонтанки, д. 102

Тел.: +7 (812) 575-88-14 (дирекция)
E-mail: f102@christmas-plus.ru

ISBN 978-5-89495-285-7



9 785894 952857 >

Учебный центр КРИСМАС

191119, Санкт-Петербург, ул. К. Заслонова, д. 6

Тел.: +7 (800) 302-92-25, бесплатный звонок по России

E-mail: metodist@christmas-plus.ru,
info@christmas-plus.ru
christmas-plus.ru
[кристмас.рф](http://krismas.rf)
shop.christmas-plus.ru
u-center.info

Отдел продаж в Москве

127247, Москва, Дмитровское шоссе, д. 96, корп. 2

Тел.: +7 (917) 579-66-02
E-mail: n-chernykh@christmas-plus.ru,
info@ecologlab.ru
ecologlab.ru



Система менеджмента качества предприятия сертифицирована
на соответствие требованиям международного стандарта ISO 9001

