

**ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ  
ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.  
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
ОКИСЛЯЕМОСТИ ВОДЫ  
РД 34.37.523.10-88**

1. РАЗРАБОТАН Всесоюзным дважды ордена Трудового Красного Знамени теплотехническим научно-исследовательским институтом им. Ф.Э.Дзержинского (ВТИ им. Ф.Э.Дзержинского)
2. ИСПОЛНИТЕЛИ Ю.М.Кострякин докт. техн. наук; И.М.Калинина, О.М.Штерн, С.Ю.Петрова, Г.К.Корицкий, Л.Н.Федешева
3. УТВЕРЖДЕН Главным научно-техническим управлением энергетики и электрификации Минэнерго СССР 15.12.88  
Заместитель начальника А.П.Барсенев
4. Срок первой проверки - 1994 г., периодичность проверки - 5 лет.
5. ВЗАМЕН Инструкции по эксплуатационному анализу воды и пара на тепловых электростанциях (М.: СПО Союзтехэнерго, 1979 г.) в части определения органических веществ (раздел 7)
- Ключевые слова: энергетика, тепловые электростанции, воды производственные, анализ, окисляемость воды

## РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

УДК 621.311.25 + 543.3

---

ВОДЫ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЕ

ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ.

РД 34.37.523.10-88

Методы определения

окисляемости воды

---

Срок действия

с 01.04.89

до 01.04.99

Настоящий руководящий документ распространяется на производственные воды тепловых электростанций и устанавливает методы определения окисляемости питательной воды и ее составляющих (конденсатов и добавочной воды), исходной, теплофикационной (сетевой), известково-коагулированной, обессоленной и котловых вод.

Документ регламентирует два метода – бихроматный и перманганатный, различающиеся применяемыми окислителями, а также условиями окисления. Бихромат окисляет органические примеси в сильно сернокислой среде при длительном кипячении. Перманганат окисляет в гораздо более мягких условиях, при меньшей кислотности и нагревании до кипения только в течение десяти минут. Вследствие этого результаты, получаемые тем и другим методом, существенно различны и не сопоставимы. Бихроматная окисляемость всегда намного выше перманганатной и более объективно характеризует степень загрязненности воды органическими примесями.

---

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Данные методы определения окисляемости могут быть использованы при анализе производственных вод атомных электростанций.

## 1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб - по ОСТ 34-70-953.1-88.

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные общего назначения I и II класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью не более 0,2 мг или другие весы аналогичной точности;

бюретки с прямым краем по ГОСТ 1770-74;

бюретки без краев со стеклянным наконечником по ГОСТ 1770-74;

колбы конические вместимостью 250, 300 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336-82;

колбы круглодонные с обратным холодильником;

колбы мерные первого или второго класса вместимостью 100, 200, 250, 500 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74;

пипетки измерительные градуированные первого или второго класса по ГОСТ 1770-74;

бусинки стеклянные мелкие;

капилляры с запаянными концами;

воронки стеклянные конусообразные по ГОСТ 23932-79;

калий марганцово-кислый (перманганат калия) х.ч. по ГОСТ 20490-75;

калий двухромово-кислый (бихромат калия) х.ч. по ГОСТ 4220-75;

кислота серная х.ч. - по ГОСТ 4204-77;

- кислота щавелевая х.ч. — по ГОСТ 22180-76;  
 натрий щавелево-кислый;  
 кислота фенилантрахиновая ч.д.а. по ТУ 6-09-3592-74;  
 двойная соль серно-кислого железа II и аммония (соль Мора)  
 — по ГОСТ 4208-78;  
 кобальт серно-кислый семиводный ч.д.а. — по ГОСТ 4462-78;  
 медь серно-кислая пятиводная х.ч. по ГОСТ 4165-78;  
 ртуть серно-кислая ч.д.а.;  
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

### 3. БИХРОМАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСЛЯЕМОСТИ ВОД

3.1. Сущность метода заключается в измерении избытка окислителя (бихромата калия) после окисления им веществ, присутствующих в пробе исследуемой воды в сильно серно-кислой среде и при длительном кипячении. Метод применим в двух вариантах.

3.1.1. Метод определения для вод, окисляемость которых превышает 100 мг кислорода на 1 дм<sup>3</sup>.

3.1.2. Метод определения для вод, окисляемость которых меньше 100 мг кислорода на 1 дм<sup>3</sup>.

### 3.2. Приготовление рабочих растворов

3.2.1. Раствор бихромата калия 0,25 н. Растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> в дистиллированной воде 12,258 г

$K_2Cr_2O_7$ , высушенного в течение двух часов при 110°C в сушильном шкафу. После полного растворения доливают объем до метки

дистиллированной водой и хорошо перемешивают. Реактив устойчив, его хранят в склянке с притертой пробкой.

Разбавлением точно в десять раз готовят 0,025 н раствор бихромата калия (отбирают пипеткой 100 см<sup>3</sup> 0,25 н раствора в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доливают до метки дистиллированной водой, раствор хорошо перемешивают). Разбавленный раствор также хранят в склянке с хорошо притертой пробкой. Раствор устойчив.

3.2.2. Раствор соли Мора примерно 0,25 н концентрации.

Растворяют 100 г  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, после полного растворения приливают 25 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и охлажденный раствор доливают до метки дистиллированной водой. Хорошо перемешав раствор, устанавливают его титр. Для этого в несколько конических колб помещают отмеренные количества бихроматного раствора (5,0 и 10,0 см<sup>3</sup>), вливают по 5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и дистиллированной воды до 50–60 см<sup>3</sup>, добавляют по несколько капель раствора фенолантрапиловой кислоты и титруют окрашенные в буро-красный цвет растворы до чисто зеленого цвета. Титр раствора соли Мора вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,25 \cdot a_1}{a_2}, \quad (1)$$

где  $a_1$  и  $a_2$  — соответственно объемы бихроматного раствора, см<sup>3</sup> и раствора соли Мора, см<sup>3</sup>;

0,25 — титр бихроматного раствора.

Из полученных результатов для титра раствора соли Мора, если эти значения расходятся не более чем на 1%, вычисляют среднее арифметическое, которым в дальнейшем и пользуются для расчетов.

Из приготовленного раствора соли Мора готовят точно 0,025 н раствор. Для этого объем  $X$  ( $\text{см}^3$ ) этого раствора вводят в мерную колбу вместимостью 1  $\text{дм}^3$  и доливают до метки дистиллированной водой. Хорошо перемешав полученный точно 0,025 н раствор, переливают в склянку с хорошо пригладьюванной пробкой. Раствор устойчив. Объем  $X = 25: T$ , где  $T$  — титр раствора соли Мора.

3.2.3. Раствор фенилантрахиновой кислоты 0,1% концентрация. Растворяют 0,2 г реактива в 15–20  $\text{см}^3$  0,1 н раствора щелочи и после растворения разбавляют дистиллированной водой до 200  $\text{см}^3$ . Реактив устойчив, его хранят в склянке темного стекла, отливая по мере надобности в капельницу.

3.2.4. Раствор катализатора. Растворяют 60 г сернистой меди пятиводной и 75 г семиводного серно-кислого кобальта в 1  $\text{дм}^3$  дистиллированной воды.

Раствор устойчив, его хранят в склянке с пригладьюванной пробкой.

### 3.3. Проведение анализа

В круглодонную колбу, снабженную обратным холодильником, помещают отмеренное количество анализируемой воды, но не более 20  $\text{см}^3$ , дистиллированной водой доливают до 20  $\text{см}^3$ , приливают 10  $\text{см}^3$  раствора бихромата калия 0,25 н концентрации для п.3.1.1 и 10  $\text{см}^3$  раствора катализатора или 10  $\text{см}^3$  раствора бихромата калия 0,025 н концентрации для п.3.1.2, при содержании хлоридов в отобранном объеме более 50 мг, всыпают примерно 0,4 г сульфата ртути. Смесь перемешивают и осторожно вводят 10  $\text{см}^3$  концентрированной серной кислоты. После этого присоеди-

няют обратный холодильник и кипятят жидкость в течение двух часов. После охлаждения холодильник отсоединяют, обмывают его внутреннюю поверхность дистиллированной водой, сливая ее в колбу, приливают в колбу 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, жидкость вновь охлаждают, приливают несколько капель индикатора фенилантраниловой кислоты и титруют избыток окислителя — бихромата калия — раствором соли Мора 0,25 н концентрации для п.3.1.1 и 0,025 н для п.3.1.2. Определение окисляемости проводят в 2-3 параллельных пробах.

Одновременно проводят холостой опыт с 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и всеми реактивами, указанными выше.

#### 3.4. О б р а б о т к а   р е з у л ь т а т о в в а н а л и з а

Бихроматную окисляемость ( $O_5$ ) для п.3.1.1 вычисляют в миллиграммах окислителя кислорода, расходуемых на кубический дециметр воды по формуле

$$(O_5) = \frac{(a_1 - a_2) \cdot K \cdot 0,25 \cdot 8 \cdot 1000}{V} = \frac{200 \cdot (a_1 - a_2) \cdot K}{V}, \quad (2)$$

где  $a_1$  — количество раствора соли Мора, израсходованное на титрование холостой пробы, см<sup>3</sup>;

$a_2$  — количество раствора соли Мора, израсходованное на титрование пробы, см<sup>3</sup>;

$K$  — поправочный коэффициент к точно 0,25 н раствора соли Мора;

$V$  — объем воды, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

0,25 — номинальная нормальность раствора соли Мора;

8 — количество кислорода, эквивалентное 1 см<sup>3</sup> точно 1 н раствора.



Среднеарифметические расхождения между параллельными определениями  $(a_1 - a_2)$  не должны превышать  $0,25 \text{ см}^3$ , что соответствует  $0,5 \text{ мг}$  кислорода.

#### 3.4.2. Обработка результатов анализа

Бихроматную окисляемость  $(O_{\sigma})$  для п.3.1.2 вычисляют в миллиграммах окислителя кислорода, расходуемых на кубический дециметр воды по формуле

$$(O_{\sigma}) = \frac{(a_1 - a_2) \cdot 0,025 \cdot 8 \cdot 1000}{V} = \frac{200(a_1 - a_2)}{V}, \quad (3)$$

Все обозначения в этой формуле те же, что и в формуле 2, но  $K=1$ , так как раствор соли Мора здесь точно  $0,025 \text{ г}$ . Среднеарифметические расхождения между параллельными определениями  $(a_1 - a_2)$  не должны превышать  $0,25 \text{ см}^3$ , что соответствует  $0,05 \text{ мг}$  кислорода.

### 4. ПЕРМАНГАНАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСЛЯЕМОСТИ

(ПРИМЕНИМ ДЛЯ ТЕКУЩЕГО ОРИЕНТИРОВОЧНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ)

4.1. Сущность метода заключается в намерении избытка окислителя (перманганата калия) после окисления им веществ, присутствующих в пробе исследуемой воды в серно-кислой или щелочной среде при кипячении.

Метод можно использовать только для проб, окисляемость которых ниже  $100 \text{ мг O/дм}^3$ .

## 4.2. Приготовление рабочих растворов

4.2.1. Раствор перманганата калия 0,1 н концентрации готовят из фиксаналя, а в случае его отсутствия из марганцово-кислого калия. В плоскодонную колбу вместимостью 4–5 дм<sup>3</sup> вливают 3 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют 10 г марганцово-кислого калия и, нагрев до кипения, кипятят 2–3 ч. Прекратив кипячение, закрывают колбу пробкой с отверстием, в которое вставлена хлор-кальцевая трубка, заполненная ватным тампоном для задержания пыли из проникающего в колбу при охлаждении воздуха. Через 2–3 суток осторожно сливают отстоявшийся от мелких частиц оксидов марганца раствор в чистую склянку с хорошо притертой пробкой.

Для установления титра приготовленного раствора в несколько чистых конических колб отмеривают из бюретки вместимостью 50 см<sup>3</sup> со стеклянным краном различные объемы этого раствора (например, по 5 и 7 см<sup>3</sup>). Затем в каждую колбу вливают дистиллированную воду примерно до 50 см<sup>3</sup>, по 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и по 10 см<sup>3</sup> титрованного 0,1 н раствора щавелевой кислоты или щавелево-кислого натрия. После полного обесцвечивания жидкостей в колбах избыток оксидат-ионов оттитровывают раствором перманганата калия из упомянутой бюретки до появления весьма слабого, но не исчезающего, розового окрашивания.

Поправочный коэффициент  $K$  точно 0,1 н концентрации раствора перманганата вычисляют по формуле

$$K = \frac{a_{щ}}{V}, \quad (4)$$

где  $Q_{\text{щ}}$  — количество раствора щавелевой кислоты или щавелево-кислого натрия, введенное в колбу,  $\text{см}^3$ ;

$V$  — общий объем раствора перманганата, израсходованный на титрование,  $\text{см}^3$ .

Раствор устойчив длительное время, его хранят в защищенном от света месте в хорошо закупоренной склянке.

Этим раствором пользуются для приготовления рабочего 0,01 н раствора. Для этого отбирают пипеткой объем  $X$  ( $\text{см}^3$ ) этого раствора в мерную колбу вместимостью 1  $\text{дм}^3$ , доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. Рабочий раствор пригоден в течение недели. Объем  $X$  ( $\text{см}^3$ ) определяют по формуле

$$X = \frac{100}{K}, \quad (5)$$

Его отмеривают из бюретки вместимостью 100  $\text{см}^3$ .

4.2.2. Раствор 0,1 н концентрация щавелевой кислоты или щавелево-кислого натрия. Раствор щавелевой кислоты готовят из фиксаналя, а в случае его отсутствия из щавелево-кислого натрия. Для этого отвешивают точно 6,701 г щавелево-кислого натрия, выдержанного в течение 1 ч в сушильном шкафу при 110 $^{\circ}$ C, и растворяют это количество в мерной колбе вместимостью 1  $\text{дм}^3$  в дистиллированной воде. После полного растворения доливают жидкость в колбе до метки дистиллированной водой и хорошо перемешивают.

Растворы щавелевой кислоты и щавелево-кислого натрия устойчивы, их хранят в хорошо закупоренной склянке в защищенном от света месте. Этими растворами пользуются для проверки титра раствора перманганата калия 0,1 н концентрации.

Рабочий раствор концентрация 0,01 н щавелевой кислоты или щавелево-кислого натрия готовят разбавлением точно в десять раз. Рабочие растворы не устойчивы, их следует готовить на срок не более 10 суток.

4.2.3. Раствор серной кислоты 10 н концентрации. К 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды малыми порциями осторожно приливают 400 см<sup>3</sup> концентрированной химически чистой серной кислоты. После полного остывания жидкости ее переливают в склянку с хорошо пригнанной притертой пробкой. Реактив устойчив.

#### 4.3. П р о в е д е н и е а н а л и з а

В коническую колбу вместимостью 250, 300 см<sup>3</sup> отбирают измеренный объем анализируемой воды, отфильтрованной от взвешенных веществ. Если предполагают, что вода сильно загрязнена органическими примесями, то отбирают не более 5 см<sup>3</sup>; если воды менее загрязнены — до 20 см<sup>3</sup>, а малозагрязненные воды — 100 см<sup>3</sup>. Объем жидкости в колбе доливают дистиллированной водой до 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (по п.4.2.3), нагревают до начинающегося кипения и приливают точно 10 см<sup>3</sup> раствора перманганата калия (по п.4.2.1). Кипятят точно 10 мин, после чего вводят точно 10 см<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты или щавелево-кислого натрия (по п.4.2.2). Для равномерного и спокойного кипения в колбу помещают тонкие запаянные с одного конца капилляры или медкие стеклянные шарики. Обесцветившуюся жидкость титруют 0,01 н раствором перманганата калия из бюретки (по п.4.2.1) до слабой, но не исчезающей, розовой окраски. Если при кипячении жидкость приобрела бурую окраску или в ней образовался коричневый осадок, то определение повторяют, отобрав меньший объем анализи-

руемой воды. Одновременно проводят определение со 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды таким же порядком. Определение окисляемости проводят в 2-3 параллельных пробах, расхождения между которыми не должны превышать 0,25 мг кислорода.

#### 4.4. Обработка результатов анализа

Перманганатная окисляемость ( $O_n$ ) определяется в миллиграммах окислителя (кислорода), расходуемых на кубический дециметр воды по формуле

$$(O_n) = \frac{(a_1 - a_2) \cdot 0,08 \cdot K \cdot 1000}{V}, \quad (6)$$

где  $a_1$  - расход раствора перманганата калия на титрование пробы анализируемой воды, см<sup>3</sup>;

$a_2$  - расход раствора перманганата калия на титрование пробы дистиллированной воды, см<sup>3</sup>;

$V$  - объем анализируемой воды, отобраный для определения, см<sup>3</sup>;

$K$  - поправка к точной 0,01 нормальности раствора перманганата калия;

0,08 - количество кислорода, отвечающее 1 см<sup>3</sup> точно 0,01 н раствора, мг;

1000 - пересчет расхода окислителя (кислорода) к 1 дм<sup>3</sup>.

Среднеарифметические расхождения между параллельными определениями  $a_1$  не должны превышать 0,25 см<sup>3</sup>, что соответствует 0,02 мг кислорода.

## ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначения НТД, на которые дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 1770-74	2
ГОСТ 4165-78	2
ГОСТ 4204-77	2
ГОСТ 4208-78	2
ГОСТ 4220-75	2
ГОСТ 4462-78	2
ГОСТ 6709-72	2
ГОСТ 20490-75	2
ГОСТ 22180-76	2
ГОСТ 23932-79	2
ГОСТ 25336-82	2
ОСТ 34-70-953.1-88	1
ТУ 6-09-3592-74	2

**Отдел научно-технической информации**

---

**Ротапринт ВТИ им. Ф.Э.Дзержинского**

**Заказ № 381 Тираж 1300 экз.**

**Уч.изд.л.-2,5 Цена 65 коп.**