ГОСТ 25784—83

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО НЕФТЯНОЕ ДЛЯ ГАЗОТУРБИННЫХ УСТАНОВОК

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАТРИЯ, КАЛИЯ И КАЛЬЦИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.753:543.06:006:354 Группа Б17

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВО НЕФТЯНОЕ ДЛЯ ГАЗОТУРБИННЫХ УСТАНОВОК

Метод определения натрия, калия и кальция

ГОСТ 25784—83

Petroleum fuel of gas turbines fuels. determination content of sodium, potassium and calcium

МКС 75.160.20
ОКСТУ 0252

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 мая 1983 г. № 2226 дата действия установлена

с 01.07.84

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения натрия, калия и кальция в топливе для газотурбинных установок.

Сущность метода состоит в сравнительном фотометрировании пламени, в которое вводится исследуемый раствор пробы топлива и контрольные растворы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Пламенный фотометр типа ПАЖ или любой другой, имеющий такую же или большую чувствительность и позволяющий определять натрий, калий и кальций в топливе с чувствительностью не менее $0{,}1\ \% \cdot 10^{-4}\ \%$.

Весы лабораторные типа АДВ-200 М с погрешностью взвешивания не более 0,2 мг.

Электроплитка с закрытой спиралью.

Шкаф сушильный типа ШС-3, обеспечивающий температуру нагрева 110 °С — 120 °С.

Печь муфельная типа ПМ-8, обеспечивающая температуру нагрева 550 °С.

Чашки платиновые.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 1,2—1, 2, 5, 10 по ГОСТ 23932—90.

Капельницы 1,2—26 по ГОСТ 25336—82.

Воронки химические по ГОСТ 23932—90.

Цилиндры 1,2—10 по ГОСТ 1770—74.

Колбы мерные 1,2—50, 100, 250, 500 и 1000 по ГОСТ 1770—74.

Емкости полиэтиленовые вместимостью 100, 200, 500, 1000 $см^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч.д.а.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч.д.а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х.ч., или фиксанал.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч., или фиксанал.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76, ч.д.а.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание (февраль 2010 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1988 г. (ИУС 4—89).

© Издательство стандартов, 1983
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Пропан бытовой в баллоне.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Приготовление контрольных растворов натрия

2.1.1. В качестве исходного для приготовления контрольных растворов берут раствор 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) фиксанала хлористого натрия в дистиллированной воде.

При использовании хлористого натрия соль просушивают в сушильном шкафу при температуре 110 °С — 120 °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры, на лабораторных весах взвешивают 5,8450 г и растворяют в 1 дм^3 воды.

2.1.2. Из исходного раствора готовят контрольный раствор с концентрацией натрия 100 мг/дм^3: в мерную колбу вместимостью 500 см^3 наливают 21,7 см^3 раствора 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) хлористого натрия, доводят до метки дистиллированной водой и хорошо перемешивают. Приготовленный раствор хранят до 1 года в стеклянной посуде с пробкой, в полиэтиленовой — неограниченное время.

Контрольные растворы следующих концентраций: 50; 20; 10; 5; 2; 1; 0,5; 0,2; 0,1; 0,05; 0,02; 0,01 мг/дм^3 готовят методом последовательного разбавления в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Концентрация приготовляемого контрольного раствора, мг/дм^3	Концентрация раствора, из которого готовят контрольный раствор, мг/дм^3	Объем раствора, необходимый для приготовления контрольного раствора, см^3, в колбах вместимостью, см^3		
		100	200	250
50	100	50	100	125
20	100	20	40	50
10	100	10	20	25
5	50	10	20	25
2	20	10	20	25
1	10	10	20	25
0,5	5	10	20	25
0,2	2	10	20	25
0,1	1	10	20	25
0,05	0,5	10	20	25
0,02	0,2	10	20	25
0,01	0,1	10	20	25

Приготовленные контрольные растворы хранят 15 — 30 сут в посуде, обработанной по п. 2.5.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Приготовление контрольных растворов калия

2.2.1. Исходный раствор 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) для определения калия готовят из фиксанала хлористого калия.

При отсутствии фиксанала можно использовать хлористый калий, х.ч. Методика приготовления раствора та же, что и для хлористого натрия, но масса хлористого калия берется 7,4550 г. Из полученного раствора готовят контрольный раствор, содержащий 100 мг/дм^3 калия.

2.2.2. В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 25,6 см^3 раствора 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) хлористого калия, дистиллированной водой доводят до метки и хорошо перемешивают. Растворы меньших концентраций готовят, как указано в п. 2.1.2.

2.3. Приготовление контрольных растворов кальция

Для приготовления исходного раствора концентрацией 1000 мг/дм^3 берут 2,5017 г высушенного при температуре 110 °С — 120 °С углекислого кальция квалификации ч.д.а., помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, растворяют в 15 см^3 концентрированной соляной кислоты, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают. Из него готовят контрольные растворы концентраций 100 мг/дм^3. Растворы меньших концентраций готовят по п. 2.1.2.

2.2.1. — 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Приготовление «нулевого» раствора

2.4.1. «Нулевой» раствор применяют для учета содержания натрия, кальция и калия, внесенных в пробу с серной кислотой, добавляемой при выпаривании, и соляной кислотой, используемой для растворения пробы образца.

Для приготовления «нулевого» раствора 5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, используемой для анализа (из специально отведенной для этой цели склянки с кислотой), испаряют в чистой платиновой чашке досуха, затем добавляют еще 0,3 $см^3$ соляной кислоты из той же склянки и растворяют в дистиллированной воде, используемой для приготовления проб.

2.4.2. Раствор сливают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют в нее 0,5 $см^3$ серной кислоты (из специально отведенной для этой цели склянки с кислотой). Объем доводят до метки и перемешивают. Раствор для хранения переводят в полиэтиленовую посуду во избежание перехода металла из стекла в раствор. «Нулевой» раствор готовят заново при использовании новой склянки с кислотой.

2.5. Обработка посуды для хранения контрольных и анализируемых растворов

2.5.1. Химически чистую посуду, предназначенную для хранения растворов, заливают раствором соли с концентрацией калия, натрия, кальция 300 — 400 $мг/см^3$ и выдерживают 1 сут.

2.5.2. Чистые пробки кипятят два-три раза в большом количестве дистиллированной воды с добавлением соляной кислоты. Затем посуду и пробки тщательно отмывают дистиллированной водой. Нельзя наливать воду с температурой выше 40 °С, так как при этом начинает выделяться металл.

2.5.1, 2.5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.6. Отбор проб

2.6.1. Отбор проб — по ГОСТ 2517—85.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.6.2. Посуда с пробкой должна быть сухой и подготовлена по п. 2.5.

2.7. Подготовка топлива к анализу

2.7.1. Перед анализом пробу топлива тщательно перемешивают.

Топливо в застывшем состоянии подогревают, а затем перемешивают. Топливо массой около 5 г взвешивают в платиновой чашке на лабораторных весах с погрешностью не более 0,2 мг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.7.2. Топливо выпаривают до исчезновения влаги, фиксируемой по прекращению вспенивания, затем добавляют концентрированную серную кислоту 94—96 %-ную из расчета 0,5 $см^3$ на 5 г топлива и продолжают выпаривать до полного прекращения паров. После этого чашку с остатком переносят в муфельную печь и озоляют, а остаток прокаливают при 550 °С.

2.7.3. Золу в чашке обрабатывают 5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты из специально отведенной чистой пипетки и выпаривают досуха. Затем в чашку добавляют вначале 0,3 $см^3$ (10 капель) концентрированной соляной кислоты, а затем 15 $см^3$ дистиллированной воды.

При анализе топлива используют соляную кислоту из той же склянки, что и для «нулевого» раствора.

2.7.4. Раствор нагревают и переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, промывая чашку несколько раз небольшим объемом дистиллированной воды. Содержимое колбы охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

2.7.3, 2.7.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Для анализа берут два раствора, подготовленные из двух навесок одной пробы топлива. Анализ проводят в пламени пропан—воздух.

3.2. Проводят фотометрирование контрольных (в порядке возрастания концентраций металлов), «нулевого» и анализируемых растворов.

После этого проводят фотометрирование в обратной последовательности и вычисляют среднеарифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора. После каждого замера распыливают дистиллированную воду для промывки системы.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Строят градуировочный график. По полученным данным для контрольных растворов в координатах «отсчет—концентрация» откладывают на оси ординат интенсивность излучения (отсчет), на оси абсцисс — концентрацию определяемого металла (мг/дм^3). Концентрацию каждого металла в растворе пробы (мг/дм^3) определяют на градуировочном графике по средней величине отсчета (п. 3.2).

4.2. Концентрацию определяемого металла (X) % $\cdot 10^4$ вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_1 - C_0}{200 \cdot m},$$

где C_1 — концентрация определяемого металла в водном растворе пробы, мг/дм^3;
C_0 — концентрация определяемого металла в «нулевом» водном растворе, мг/дм^3;
m — масса топлива, г;
200 — величина пересчета, учитывающая объем приготовляемого раствора пробы и соотношение размерностей.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

4.4. Результаты испытаний регистрируют в специальном журнале (приложение).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. Сходимость

Два результата определения, полученные одним исполнителем на одном приборе, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в табл. 2.

5.2. Воспроизводимость

Два результата испытания, полученные разными исполнителями в двух разных лабораториях, признаются достоверными с 95 %-ной доверительной вероятностью, если расхождения между ними на превышают значений, указаниых в табл. 2.

Таблица 2

%

Концентрация определяемого металла в анализируемом топливе	Сходимость	Воспроизводимость
Натрий:		
До 0,00005 включ.	0,00002	0,00002
Св. 0,00005 до 0,00020	0,00002 — 0,00004	0,00002 — 0,00010
Св. 0,00020	0,00004	0,00013
Калий:		
До 0,00005 включ.	0,00002	
Св. 0,00005 до 0,00020	0,00002	0,00004
Кальций:		
До 0,00005 включ.	0,00002	0,00002
Св. 0,00005 до 0,00020	0,00002 — 0,00004	0,00002 — 0,00005
Св. 0,00020	0,00004 — 0,00010	0,00004 — 0,00014

Раздел 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ЖУРНАЛ
РЕГИСТРАЦИИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ ТОПЛИВА ДЛЯ ГАЗОТУРБИННЫХ УСТАНОВОК НА СОДЕРЖАНИЕ НАТРИЯ, КАЛИЯ И КАЛЬЦИЯ

Таблица 3

Обозначение раствора	Концентрация металлов в контрольных и анализируемых растворах									Масса пробы, г
	натрия			калия			кальция			
	единицы шкалы (отсчет)	мг/дм^3	% 10^4	единицы шкалы (отсчет)	мг/дм^3	% 10^4	единицы шкалы (отсчет)	мг/дм^3	% 10^4	
Контрольные растворы										
0,02	—	—	—	9 — 9	—	—	—	—	—	
0,1	17 — 18	—	—	45 — 44	—	—	8 — 8	—	—	
0,2	34 — 34	—	—	88 — 89	—	—	16 — 18	—	—	
0,5	83 — 85	—	—	—	—	—	42 — 43	—	—	
Анализируемые растворы										
Проба 1	19 — 20	0,12	0,34	14 — 16	0,04	0,14	25 — 26	0,29	1,43	5,0361

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 26.03.2010. Подписано в печать 20.04.2010. Формат 60 × 84 $^1/_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 116 экз. Зак. 330.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru @gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru