ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р ИСО 13759— 2010**

# НЕФТЕПРОДУКТЫ

## Определение алкилнитрата в дизельных топливах спектрометрическим методом

**ISO 13759:1996**
**Petroleum products — Determination of alkyl nitrate in diesel fuels — Spectrometric method**
**(IDT)**

**Издание официальное**

**Москва**
**Стандартинформ**
**2012**

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2010 г. № 1099-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 13759:1996 «Нефтепродукты. Определение алкилнитрата в дизельном топливе. Спектрометрический метод» (ISO 13759:1996 «Petroleum products — Determination of alkyl nitrate in diesel fuels — Spectrometric method»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет*

© Стандартинформ, 2012

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Сущность метода . . . . . 2
4 Реактивы . . . . . 2
5 Аппаратура . . . . . 2
6 Построение калибровочной кривой . . . . . 2
7 Проведение испытания . . . . . 3
8 Расчеты . . . . . 3
9 Обработка результатов испытания . . . . . 4
10 Прецизионность . . . . . 4
11 Протокол испытания . . . . . 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) . . . . . 5
Библиография . . . . . 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# НЕФТЕПРОДУКТЫ

## Определение алкилнитрата в дизельных топливах спектрометрическим методом

Petroleum products.
Determination of alkyl nitrate in diesel fuels by spectrometric method

**Дата введения — 2012—07—01**

**Предупреждение** — Применение настоящего стандарта может быть связано с применением опасных веществ, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за разработку соответствующих правил по технике безопасности, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения алкилнитрата в дизельных топливах в диапазоне концентраций 0,03 % об. — 0,30 % об. Сведения о присутствии конкретного алкилнитрата в дизельном топливе необходимы для точных определений, так как калибровка аппаратуры является надежной на эталонных растворах, содержащих анализируемый нитрат.

Если конкретный алкилнитрат неизвестен, то сравнение результата с эталонным алкилнитратом (4.2) укажет, какой алкилнитрат присутствует в дизельном топливе.

Примечание — Введение присадок, увеличивающих цетановое число, не влияет на величину цетанового индекса по стандартам [1], [2].

Наличие нитратных эфиров, ионов неорганических нитратов и оксидов азота мешает настоящему определению.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты[1)]:

ИСО 385-1:1984 Лабораторная стеклянная посуда. Бюретки. Часть 1. Общие требования (ISO 385-1:1984, Laboratory glassware — Burettes — Part 1: General requirements)

ИСО 835-1:1981 Лабораторная стеклянная посуда. Градуированные пипетки. Часть 1. Общие требования (ISO 835-1:1981, Laboratory glassware — Graduated pipettes — Part 1: General requirements)

ИСО 1042:1983 Лабораторная стеклянная посуда. Мерные колбы с одной меткой (ISO 1042:1983, Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks)

ИСО 3696:1987 Вода для применения в аналитической лаборатории. Спецификация и методы испытания (ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods)

[1)] Для датированных ссылок используют только указанное издание стандарта. В случае недатированных ссылок — последнее издание стандарта, включая все изменения и поправки.

**Издание официальное**

## 3 Сущность метода

Алкилнитрат подвергают гидролизу в растворе концентрированной серной кислоты, при этом освобожденная азотная кислота реагирует с 2,4-диметилфенолом. Нитроксиленол экстрагируют из реакционной смеси и обрабатывают гидроксидом натрия, при этом образуется раствор желтой соли. Интенсивность цвета измеряют спектрометрически при длине волны 452 нм, а концентрацию алкилнитрата определяют по калибровочной кривой.

## 4 Реактивы

Для испытания по настоящему стандарту используют только реактивы марки ч. д. а. и воду, соответствующую требованиям сорта 3 по ИСО 3696.

4.1 Уксусная кислота ($CH_3COOH$) ледяная.

4.2 Стандартный раствор алкилнитрата: в колбу вместимостью 100 см$^3$ (5.5) пипеткой отмеряют 3,0 см$^3$ алкилнитрата, по составу идентичного испытуемому алкилнитрату, и доливают до метки дизельным топливом (4.6). При отсутствии знаний о конкретном испытуемом алкилнитрате для построения калибровочной кривой используют 2-этилгексилнитрат чистотой не менее 97 %.

4.3 Раствор серной кислоты: добавляют, медленно помешивая, 500 см$^3$ концентрированной 98%-ной масс. серной кислоты к 270 см$^3$ холодной воды.

4.4 Раствор гидроксида натрия: растворяют 50 г гидроксида натрия в воде и водой доводят объем до 100 см$^3$.

4.5 Раствор 2,4-диметилфенола (ксиленола): в колбе (5.5) вместимостью 100 см$^3$ разбавляют 4 см$^3$ 2,4-диметилфенола [$(CH_3)_2C_6H_3OH$] уксусной кислотой (4.1), доводя объем жидкости до метки.

4.6 Дизельное топливо или компонент. Чистое, стабильное, не содержащее присадок топливо для холостого опыта.

Примечание — В реальности состав топлива для холостого опыта должен быть аналогичен составу испытуемого образца.

4.7 2,2,4-Триметилпентан [$CH_3C(CH_3)_2CH_2CH(CH_3)CH_3$] чистотой не менее 99,75 %.

4.8 Пропан-2-ол [$CH_3CH(CH_3)OH$].

## 5 Аппаратура

5.1 Абсорбционные кюветы с длиной канавки (10,00 ± 0,02) мм.

5.2 Спектрометр, пригодный для измерения поглощения в диапазоне длины волны (452 ± 5) нм.

5.3 Делительные воронки типа Сквибба (Squibb-type) вместимостью 125 см$^3$ со стеклянными пробками, с запорным краном из политетрафторэтилена.

5.4 Аппарат для встряхивания, способный удерживать множество образцов, автоматический, с частотой не менее 250 колебаний/ мин.

5.5 Мерные колбы вместимостью 10 и 100 см$^3$, класс А по ИСО 1042.

5.6 Пипетки вместимостью 1 и 10 см$^3$, класс А по ИСО 835-1.

5.7 Бюретка вместимостью 10 см$^3$, класс А по ИСО 385-1.

5.8 Градуированные цилиндры вместимостью 50 или 100 см$^3$.

## 6 Построение калибровочной кривой

6.1 Не более чем за 24 ч до каждого испытания готовят калибровочные кривые в соответствии с процедурой по 6.2—6.11.

6.2 Аккуратно отмеряют из бюретки (5.7) 1,0; 3,0; 5,0; 8,0 и 10,0 см$^3$ раствора алкилнитрата (4.2) и вводят в отдельные мерные колбы вместимостью 100 см$^3$ каждая (5.5), затем доводят полученный объем до метки дизельным топливом (4.6).

6.3 Пипеткой порциями вводят по 1 см$^3$ каждого раствора, приготовленного по 6.2, в пять мерных колб вместимостью 10 см$^3$ каждая (5.5). Пипеткой в отдельную мерную колбу вместимостью 10 см$^3$ вводят 1,0 см$^3$ дизельного топлива. Во всех колбах полученные объемы доводят до метки пропан-2-олом (4.8).

6.4 В отдельные делительные воронки (5.3) пипеткой вводят по 1,0 см$^3$ каждого раствора, приготовленного по 6.3, включая дизельное топливо для холостого опыта.

6.5 Добавляют пипеткой 1,0 см$^3$ раствора 2,4-диметилфенола (4.5) в каждую делительную воронку и круговыми движениями (образовывая завихрения) тщательно перемешивают содержимое.

6.6 Из градуированного цилиндра (5.8) в каждую делительную воронку добавляют 40 см$^3$ раствора серной кислоты (4.3).

Примечание — Если перед введением серной кислоты не будет добавлен 2,4-диметилфенол, то будут получены заниженные или отрицательные результаты.

6.7 Плотно закрывают пробками делительные воронки и в течение 30 мин встряхивают воронки с содержимым в аппарате для встряхивания (5.4).

Примечание — Степень взаимодействия образца с серной кислотой определяет интенсивность гидролиза. Следовательно, скорость и время встряхивания как для испытуемых образцов, так и для калибровочных стандартов, должны быть одинаковыми.

6.8 Добавляют 25 см$^3$ 2,2,4-триметилпентана (4.7) в каждую отдельную делительную воронку и встряхивают в течение 1 мин в аппарате для встряхивания. Дают содержимому разделиться на слои и сливают нижний слой (кислоту). Добавляют 25 см$^3$ воды и в течение 1 мин снова встряхивают в аппарате для встряхивания, дают содержимому делительной воронки разделиться на слои и сливают нижний слой (воду).

6.9 В делительную воронку пипеткой вводят 10,0 см$^3$ раствора гидроксида натрия (4.4), вручную встряхивают содержимое в течение 1 мин и дают фазам разделиться в течение не менее 10 мин или до тех пор, пока они четко не разделятся (см. 6.7, примечание). Дают стечь нескольким капелькам нижнего (водного) слоя, чтобы ополоснуть стержень, проверяют, является ли раствор щелочным, и сливают. Если раствор не щелочной, то добавляют еще 10,0 см$^3$ раствора гидроксида натрия и корректируют расчеты (6.11) на увеличенный объем раствора. Заполняют абсорбционную кювету (5.1) раствором из каждой делительной воронки и записывают значение поглощения, регистрируемое на спектрометре относительно воды, очищая кювету перед каждой заменой раствора.

6.10 Чтобы получить скорректированые значения поглощения, вычитают значение поглощения холостого опыта из значения поглощения стандартных растворов.

6.11 Строят кривую зависимости скорректированных значений поглощения от концентрации и, если эта характеристика плавная и прямолинейная, то рассчитывают наклон калибровочной кривой $C$ по следующей формуле

$$C = A/B, \quad (1)$$

где $A$ — сумма концентраций стандартного раствора алкилнитрата, выраженная в % об.;

$B$ — сумма скорректированных значений поглощения.

## 7 Проведение испытания

7.1 В мерную колбу вместимостью 10 см$^3$ (5.5) пипеткой вводят 1,0 см$^3$ испытуемого дизельного топлива и доливают до метки пропан-2-олом (4.8).

7.2 В делительную воронку (5.3) вводят пипеткой 1,0 см$^3$ испытуемого образца, подготовленного по 7.1. В другую воронку, предназначенную для проведения холостого опыта, вводят 1,0 см$^3$ пропан-2-ола.

Примечание — Результат испытания будет более точным, если базовое топливо, которое используют в испытуемом образце, разбавленном пропан-2-олом, было использовано в качестве холостого раствора.

7.3 Проводят испытание в соответствии с 6.5—6.10.

Примечание — Если поглощение слишком интенсивное и выходит за шкалу, то разбавляют аликвоту испытуемого образца (7.1) в 5 раз топливом для холостого опыта (4.6), повторяют процедуру и соответственно корректируют расчеты.

## 8 Расчеты

8.1 Вычитают значение поглощения холостого опыта из значения поглощения испытуемого образца и рассчитывают концентрацию алкилнитрата $N$, % об., подставляя значение наклона калибровочной кривой (рассчитанное по 6.11) в следующую формулу (см. также 8.2)

$$N = C\,D, \quad (2)$$

где $C$ — наклон калибровочной кривой;

$D$ — поглощение испытуемого образца.

8.2 В случае некоторых композиций присадка/топливо эта характеристика является нелинейной. Если после проверки это подтверждается, то расчет по формуле (1) не проводят, а расчет по формуле (2) заменяют определением концентрации алкилнитрата по калибровочной кривой путем помещения измеренного скорректированного значения поглощения, полученного по 6.10, на аппроксимирующую кривую.

## 9 Обработка результатов испытания

Записывают концентрацию алкилнитрата и его наименование или, если конкретный алкилнитрат неизвестен, то как алкилнитрата, рассчитанного на основе 2-этилгексилнитрата, выраженного в процентах по объему с точностью 0,001 % об.

## 10 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода, полученная статистическим исследованием результатов межлабораторных испытаний, следующая.

### 10.1 Повторяемость (сходимость) *r*

Расхождение между последовательными результатами, полученными одним и тем же лаборантом на одной и той же аппаратуре при постоянно действующих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода испытания, может превышать значение 0,017 % об. только в одном случае из двадцати.

### 10.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными лаборантами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода испытания, может превышать значение 0,036 % об. только в одном случае из двадцати.

## 11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) тип и полную идентификацию испытуемого продукта;

c) результаты испытания (раздел 9);

d) любое отклонение по согласованию или в соответствии с другими документами от установленных стандартных методик;

e) дату проведения испытания.

**Приложение ДА**
**(справочное)**

## Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта |
|---|---|---|
| ИСО 385-1:1984 | MOD | ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1:84) «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования» |
| ИСО 835-1:1981 | MOD | ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1:81) «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования» |
| ИСО 1042:1983 | — | * |
| ИСО 3696:1987 | — | * |

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
MOD — модифицированные стандарты.

## Библиография[1)]

[1] ISO 4264:1995, Petroleum products — Calculation of cetane index of middle-distillate fuels by the four-variable equation (ИСО 4264:1995 Нефтепродукты. Расчет цетанового индекса средних дистиллятных топлив по уравнению с четырьмя переменными)[2)]

[2] ISO 5165:1992, Diesel fuels — Determination of the ignition quality — Cetane engine method (ИСО 5169:1992 Дизельные топлива. Определение качества воспламенения. Цетановый моторный метод)[3)]

[1)] Официальный перевод стандартов находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

[2)] Действует ISO 4264:2007, Petroleum products — Calculation of cetane index of middle-distillate fuels by the four-variable equation.

[3)] Действует ISO 5165:1998, Petroleum products — Determination of the ignition quality of diesel fuels — Cetane engine method.

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 75.160.20 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: нефтепродукты, автомобильные топлива, дизельные топлива, химический анализ, определение содержания, нитраты, спектрометрический метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 01.03.2012. Подписано в печать 21.03.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 131 экз. Зак. 242.

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

gost.e-ecolog.ru