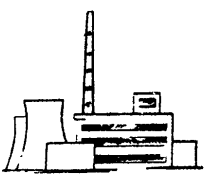
РОССИЙСКОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
ЭНЕРГЕТИКИ И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ
«ЕЭС РОССИИ»

Департамент научно-технической политики и развития

Топливо нефтяное для газотурбинных установок ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ (беспламенный метод)



СО 34.44.210–2001

(РД 153-34.1-44.210–2001)

ОАО «ВТИ»
Москва 2003

gost.e-ecolog.ru

РОССИЙСКОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
ЭНЕРГЕТИКИ И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ
«ЕЭС РОССИИ»

Департамент научно-технической политики и развития

Топливо нефтяное для газотурбинных установок ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ (беспламенный метод)

СО 34.44.210–2001

(РД 153-34.1-44.210–2001)

ОАО «ВТИ»
Москва 2003

Разработано Открытым акционерным обществом «Всероссийский теплотехнический научно-исследовательский институт» (ОАО «ВТИ»); Электрогорским институтом нефтепереработки (ЭлИНП)

Исполнители *Э.М. КОСОБОКОВА* (ОАО «ВТИ»), *З.Т. ЮНУСОВ* (ЭлИНП)

Утверждено Департаментом научно-технической политики и развития РАО «ЕЭС России» 29 июня 2001 г.

Срок первой проверки настоящего СО – 2005 г., периодичность проверки – один раз в 5 лет

Ключевые слова: топливо жидкое, газотурбинные установки, анализ, свинец, атомно-абсорбционный способ

© ОАО «ВТИ», 2003

УДК 662.75:621.165+543.5

Топливо нефтяное
для газотурбинных установок
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВИНЦА МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ
(беспламенный метод)

СО 34.44.210–2001
(РД 153-34.1-44.210–2001)
Взамен РД 34.44.210–96

Дата введения 2002–07–01

Настоящий стандарт организации распространяется на нефтяные топлива, применяемые в стационарных газотурбинных и парогазовых энергетических установках, а также в газотурбинных установках водного транспорта, и устанавливает беспламенный метод определения свинца в газотурбинном и дизельном топливах с применением атомно-абсорбционного спектрофотометра.

Применение методик ВТИ для определения свинца в газотурбинном топливе установлено п. 3.5 ГОСТ 10433.

Настоящий стандарт организации должен использоваться предприятиями, организациями и объединениями предприятий независимо от форм собственности и подчинения, поставляющими и потребляющими жидкие энергетические топлива.

1 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Сущность метода заключается в измерении и сравнении интенсивности резонансного поглощения аналитической линии свинца в атомных спектрах анализируемых водных растворов топлив и контрольных водных растворов. Величины поглощения измеряют на атомно-абсорбционном спектрофотометре по уменьшению интенсивности аналитической линии, используемой лампой полого катода для свинца. Излучение лампы пропускают через пламя, в которое вводят попеременно контрольные и анализируемые растворы. При этом происходит атомизация и поглощение атомами элемента резонансного излучения лампы.

Издание официальное
Настоящий стандарт организации не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения РАО «ЕЭС России» или ОАО «ВТИ»

Приготовление контрольных и анализируемых растворов, измерение абсорбции и расчет конечных результатов определения приведены для варианта атомизации в графитовой кювете (беспламенный вариант).

Чувствительность метода – $1 \cdot 10^{-5}$ % свинца.

2 ПРИБОРЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный «Сатурн» или любой другой прибор подобного типа с чувствительностью $0{,}1 \cdot 10^{-5}$ %, укомплектованный для пламенной и беспламенной атомизации проб;

кюветы графитовые, чистые по содержанию свинца;

лампы с полым катодом или безэлектродная (шариковая) для свинца;

чашки платиновые;

весы лабораторные общего назначения с пределом взвешивания до 200 г не ниже второго класса точности по ГОСТ 24104;

электроплитка с закрытой спиралью;

эксикатор по ГОСТ 25336;

шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева [(110–120)±5] °С;

печь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева (550±5) °С;

колбы мерные вместимостью 50, 100, 200, 250, 500, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770;

цилиндры измерительные вместимостью 10 и 50 $см^3$ по ГОСТ 1770;

микропипетки автоматические ПМ-01 по ТУ 25.11.1560;

пипетки вместимостью 0,5; 1; 2; 5; 10 $см^3$ по ГОСТ 29227;

воронки химические стеклянные по ГОСТ 25336;

стаканы стеклянные вместимостью 100, 200, 400 $см^3$ по ГОСТ 25336;

фляги полиэтиленовые вместимостью 100, 200, 500, 1000 $см^3$;

кислота соляная ч.д.а. по ГОСТ 3118;

кислота серная ч.д.а. по ГОСТ 4204;

кислота азотная ч.д.а. по ГОСТ 4461;

аргон газообразный по ГОСТ 10157;

свинец азотнокислый ч.д.а. по ГОСТ 4236;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерения и другого оборудования, метрологические и технические характеристики которых не хуже указанных в настоящем стандарте организации, а также других реактивов по качеству не хуже, чем требует данный стандарт организации.

3 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб – по ГОСТ 2517 или в соответствии с «Инструкцией по контролю качества дизельного топлива на ТЭС при приеме, хранении и использовании его в газотурбинных (ГТУ) и парогазовых (ПГУ) установ-

ках в качестве основного, резервного, аварийного или пуско-останов-ного» РД 153-34.1-44.221–00.

4 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1 Приготовление проб анализируемого топлива

Для определения свинца используют либо водные растворы проб озоленного газотурбинного топлива, приготовленные по ГОСТ 25784 для определения в них натрия, калия, кальция и ванадия, либо отбирают и готовят пробы в порядке, указанном ниже.

Готовят не менее двух растворов проб топлива, используя посуду, подготовленную по разд. 4.3 настоящего стандарта организации.

4.1.1 Перед взятием навески пробу топлива тщательно перемешивают (застывшее топливо предварительно подогревают). Две навески топлива массой по 5–10 г каждая (для дизельного топлива – не менее 10 г) взвешивают в платиновой чашке на лабораторных весах с погрешностью не более ±0,0001 г.

4.1.2 Топливо выпаривают до исчезновения влаги, фиксируемого по прекращению вспенивания, затем добавляют концентрированную серную кислоту[1)] из расчета 0,1 $см^3$ на 1 г топлива (для дизельного топлива ~0,3 $см^3$ на 10 г) и продолжают выпаривать до полного прекращения паров. После этого чашку с остатком переносят в муфельную печь и озоляют, а остаток прокаливают при 550 °С.

4.1.3 Золу в чашке обрабатывают 5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты[1)] из специально отведенной для этой цели чистой пипетки[2)] и выпаривают досуха. После чего в чашку добавляют 0,3 $см^3$ (10 капель) концентрированной соляной кислоты, а затем ~15 $см^3$ дистиллированной воды.

4.1.4 Раствор нагревают и переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, промывая чашку дистиллированной водой и переливая смывы в ту же колбу. Содержимое колбы охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Для приготовления параллельных проб озоленного топлива используют кислоты из тех же склянок, выделенных специально для определения «следовых» концентраций металлов в жидких топливах.

[1)] При приготовлении проб топлива для определения «следовых» концентраций металлов необходимо использовать кислоты из специально отведенных только для этих анализов стеклянных банок, имеющих соответствующую маркировку.

[2)] Пипетки также должны быть маркированы для каждой кислоты.

4.2 Приготовление основного и рабочих контрольных растворов

4.2.1 Для приготовления основного раствора (*А*) с содержанием свинца 1 мг/см^3 берут 1,5985 г нитрата свинца, взвешенного с точностью ±0,0001 г, растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды с добавлением 8 см^3 азотной кислоты в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Раствор доводят до метки дистиллированной водой и используют для приготовления рабочих контрольных растворов. Основной раствор (*А*) можно хранить в полиэтиленовой фляге в течение 1 года.

4.2.2 Рабочие контрольные растворы с заданным содержанием свинца (C^{Pb}, мг/дм^3) готовят перед употреблением путем последовательного разбавления основного раствора (*А*) дистиллированной водой объемно в интервале концентраций 0,01–0,10 мг/дм^3 по схеме, приведенной в таблице 1. Эти растворы хранятся в стеклянных колбах, подготовленных в соответствии с разд. 4.3 и маркированных по концентрации свинца.

Таблица 1

Обозначение растворов	Содержание свинца в разбавленном (рабочем) растворе C^{Pb}, мг/дм^3	Объем раствора (основного или рабочего), взятого для разбавления, $V_р$, см^3	Объем мерной колбы для разбавления водой $V_к$, см^3
Б	10,00	10 (*А*)	1000
В	0,10	10 (*Б*)	То же
1	0,01	10 (*В*)	100
2	0,02	20 (*В*)	То же
3	0,03	30 (*В*)	– " –
4	0,05	50 (*В*)	– " –
5	0,08	80 (*В*)	– " –

4.2.3 За «нулевой» раствор принимают дистиллированную воду.

4.3 Обработка посуды для приготовления и хранения контрольных и анализируемых растворов

4.3.1 Химически чистую посуду, предназначенную для приготовления и хранения контрольных и анализируемых растворов, оставляют на ночь в смеси азотной кислоты с дистиллированной водой (1:1), после чего споласкивают дистиллированной водой.

4.3.2 Вымытые пробки кипятят в большом количестве дистиллированной воды с добавлением соляной кислоты, затем тщательно отмывают дистиллированной водой.

5 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1 Приготовленные по разд. 4 рабочие контрольные растворы и пробы топлива анализируют на спектрофотометре при атомизации в графитовой кювете.

5.2 Оптимальные параметры измерения абсорбции при определении содержания свинца в газотурбинных топливах на спектрофотометре «Сатурн-2» приведены в таблице 2.

Таблица 2

Контролируемые параметры	Значение параметра
Аналитическая линия, нм	283,3
Лампа с полым катодом	Свинец
Рабочий ток лампы с полым катодом, мА	28
Ширина щели монохроматора, мкм	400, 800
Усиление ФЭУ	1
Растягивание шкалы	1:5
Расход аргона, $дм^3/ч$	78
Постоянная времени	0,2

5.3 Подготовку и включение спектрофотометра проводят в соответствии с инструкцией. Время прогрева прибора 30 мин.

5.3.1 Аналитическую линию определяемого элемента устанавливают с помощью ручки шкалы развертки спектра по максимальному отклонению пера самописца, что соответствует 100 % пропускания.

5.3.2 Расход аргона во внутреннюю полость кюветы – 18 $дм^3/ч$, а во внешнюю – 60 $дм^3/ч$.

5.3.3 Графитовую кювету устанавливают в держателе точно на оптической оси и проверяют ее чистоту на отсутствие определяемого элемента (свинца), для чего многократно прожигают ее.

5.4 Отбирают 20 $мкм^3$ контрольного раствора или анализируемой пробы специальной автоматической микропипеткой и вносят в кювету через ее верхнее отверстие.

5.4.1 Атомизацию проводят в несколько стадий по программе (таблица 3).

Таблица 3

Стадия	Продолжительность, с	Величина тока, А	Назначение
1	30	36	Высушивание пробы
2	30	40	То же
3	Стадия пропускается		
4	5	375–390	Атомизация
5	20	–	Остывание кюветы, продувка аргоном

5.5 Измеряют абсорбцию нулевого, пяти–шести контрольных растворов с последовательно нарастающим содержанием свинца и анализируемых образцов. Каждое измерение повторяют 3 раза. Весь цикл измерений повторяют дважды.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Записанные на ленте сигналы абсорбции для каждого контрольного раствора и анализируемых проб измеряют и усредняют. По средним величинам измеренной абсорбции контрольных растворов строят градуировочный график в координатах: абсорбция (A), мм – по оси ординат, концентрация свинца (C^{Pb}), мг/дм^3 – по оси абсцисс.

6.2 Концентрацию свинца в анализируемых водных растворах озоленного топлива C_p^{Pb}, мг/дм^3, находят по градуировочному графику в соответствии с усредненными значениями абсорбции, зафиксированными прибором.

6.3 Концентрацию свинца в «нулевом» растворе (C_0^{Pb}), мг/дм^3, находят так же (по градуировочному графику).

6.4 Массовую долю свинца $C_т^{Pb}$ в топливе (%·10^4) вычисляют по формуле

$$C_т^{Pb} = \frac{C_p^{Pb} - C_0^{Pb}}{200 \cdot m}, \qquad (1)$$

где C_p^{Pb} – концентрация свинца в анализируемом водном растворе, мг/дм^3;

C_0^{Pb} – концентрация свинца в «нулевом» водном растворе, мг/дм^3;

200 – величина пересчета, учитывающая объем приготовленного водного раствора пробы озоленного топлива и соотношение размерностей величин, входящих в формулу;

m – масса газотурбинного топлива, г.

6.5 За результат определения свинца в топливе принимают среднее арифметическое результатов двух циклов измерений.

6.6 Округление результатов ведут до пятого десятичного знака.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Результаты анализа регистрируют в специальном журнале (приложение А) и передают заказчику в виде протокола, включающего:

наименование заказчика;

наименование пробы;

место и дата отбора пробы;

название методики, по которой выполнен анализ;

результаты (массовая доля свинца в топливе);

отклонения, отмеченные при проведении анализа, если таковые имеются.

Запись в журнале подписывает исполнитель анализа.

Протокол подписывают руководитель лаборатории и исполнитель, проводивший анализ.

8 ДОПУСТИМАЯ ПОГРЕШНОСТЬ КОНТРОЛЯ

8.1 Повторяемость

Два результата определения, полученные одним исполнителем на одном и том же оборудовании из одной и той же пробы, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают 0,00001 % или $0{,}1 \cdot 10^{-4}$ %.

8.2 Воспроизводимость

Два результата анализа, полученные в двух разных лабораториях из одной и той же пробы, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,00002 % или $0{,}2 \cdot 10^{-4}$ %.

Приложение А
(рекомендуемое)

ЖУРНАЛ РЕГИСТРАЦИИ
анализов жидких топлив
на содержание свинца

Дата проведения анализа _____

№ анализа _____

Наименование заказчика _____

_____

Наименование пробы _____

Место и дата отбора пробы _____

Метод анализа _____

Примечания _____

_____

Результаты анализа

Величина абсорбции A, мм	Концентрация свинца в анализируемом растворе $C_{р}^{Pb}$, мг/дм^3	Массовая доля свинца в топливе $C_{т}^{Pb}$, (% $\cdot 10^4$)

_____Контрольные растворы _____

_____«Нулевой» раствор _____

_____Анализируемые растворы _____

Подпись исполнителя, проводившего анализ

Приложение Б
(справочное)

ПЕРЕЧЕНЬ НОРМАТИВНЫХ ДОКУМЕНТОВ, НА КОТОРЫЕ ИМЕЮТСЯ ССЫЛКИ В СО 34.44.210–2001 (РД 153-34.1-44.210–2001)

Обозначение НТД	Наименование НТД	Раздел, в котором имеется ссылка
ГОСТ 1770–74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия	2
ГОСТ 2517–85	Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб	3
ГОСТ 3118–77	Кислота соляная. Технические условия	2
ГОСТ 4204–77	Кислота серная. Технические условия	2
ГОСТ 4236–77	Свинец (II) азотно-кислый. Технические условия	2
ГОСТ 4461–77	Кислота азотная. Технические условия	2
ГОСТ 6709–72	Вода дистиллированная. Технические условия	2
ГОСТ 10157–79	Аргон газообразный и жидкий. Технические условия	2
ГОСТ 10433–75	Топливо нефтяное для газотурбинных установок. Технические условия	Вводная часть
ГОСТ 24104–88	Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия	2
ГОСТ 25336–82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры	2
ГОСТ 25734–83	Топливо нефтяное для газотурбинных установок. Метод определения натрия, калия и кальция	4
РД 153-34.1-44.221–00	Инструкция по контролю качества дизельного топлива на ТЭС при приеме, хранении и использовании его в газотурбинных (ГТУ) и парогазовых (ПГУ) установках в качестве основного, резервного, аварийного или пуско-остановочного	3

Содержание

Вводная часть 3
1 Сущность метода 3
2 Приборы, оборудование и реактивы 4
3 Отбор проб 4
4 Подготовка к анализу 5
5 Проведение анализа 7
6 Обработка результатов 8
7 Оформление результатов 8
8 Допустимая погрешность контроля 9
Приложение А 10
Приложение Б 11



Редактор *И.К. Соколова*
Технический редактор *И.Р. Шанто*
Корректор *Н.Н. Клюева*
Компьютерная верстка *Е.В. Беспалова*

Подписано в печать 10.06.03. Формат 60×90 1/16.
Печ. л. 0,75. Тираж 50 экз. Заказ № 85.

ПМБ ВТИ. 115280, Москва, ул. Автозаводская, 14/23

gost.e-ecolog.ru