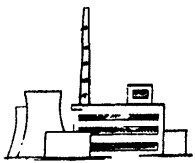
РОССИЙСКОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
ЭНЕРГЕТИКИ И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ
«ЕЭС РОССИИ»

Департамент научно-технической политики и развития

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



СО 34.44.202–2001
(РД 153-34.1-44.202–2001)

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 ВАНАДИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ (беспламенный метод)

СО 34.44.202–2001
(РД 153-34.1-44.202–2001)

ОАО «ВТИ»
Москва 2003

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

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

Утверждено Департаментом научно-технической политики и развития РАО «ЕЭС России» 26 июня 2001 г.

Заместитель начальника *А.П. ЛИВИНСКИЙ*

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

Ключевые слова: топливо жидкое, газотурбинные установки, анализ, ванадий, атомно-абсорбционная спектрофотометрия

© ОАО «ВТИ», 2003

УДК 662.75:621.165+543.5

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

СО 34.44.202–2001
(РД 153-34.1-44.202–2001)
Взамен РД 34.44.202–93

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 ванадия в газотурбинном и дизельном топливах с применением атомно-абсорбционного спектрофотометра.

Определение ванадия непосредственно в топливе (прямое определение) при содержании ванадия в нем более $0{,}5 \cdot 10^{-4}$ % и наличии прибора достаточной чувствительности следует проводить по РД 34.44.216.

Положения настоящего стандарта организации подлежат применению 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 ванадия в атомных спектрах анализируемых водных растворов топлив и контрольных водных растворов. Величины поглощения измеряют на атомно-абсорбционном спектрофотометре по уменьшению интенсивности аналитической линии, испускаемой лампой полого катода для ванадия. Излучение лампы с полым катодом пропускают через атомизированные пробы раствора

Издание официальное

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

топлива и контрольные растворы. При этом величина поглощения атомами элемента резонансного излучения лампы пропорциональна концентрации введенного в пламя вещества.

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

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

2 ПРИБОРЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный «Сатурн» или любой другой прибор подобного типа с чувствительностью $0{,}1 \cdot 10^{-4}$ %;

кюветы графитовые, прилагаемые к прибору;

лампы с полым катодом для ванадия;

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;

пипетки вместимостью 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 $см^3$ по ГОСТ 20292;

воронки лабораторные по ГОСТ 25336;

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

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

микропипетки автоматические ПМ-01 по ТУ 25.11.1560;

кислота соляная ч.д.а. по ГОСТ 3118;

кислота серная ч.д.а. по ГОСТ 4204;

аммоний ванадиевокислый ч.д.а. по ГОСТ 9336;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

водорода перекись ч.д.а. по ГОСТ 10929.

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 (ПТУ) установках в качестве основного, резервного, аварийного или пуско-остановочного» РД 153-34.1-44.221.

4 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1 Приготовление основного и рабочих контрольных растворов

4.1.1 Для приготовления основного раствора (*А*) с содержанием ванадия 1 мг/см^3 берут 2,2960 г аммония ванадиевокислого, взвешенного с точностью ±0,0001 г, растворяют в 20 см^3 перекиси водорода 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.

4.1.2 Рабочие контрольные растворы с заданным содержанием ванадия (C^v, 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. Растворы хранят в стеклянных колбах, подготовленных в соответствии с разд. 4.3 настоящего стандарта и маркированных по концентрации ванадия, в течение 1–2 месяцев.

Таблица 1

Обозначение растворов	Содержание ванадия в разбавленном (рабочем) растворе C^v, 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	10 (*А*)	1000
В	0,1	10(*Б*)	1000
1	0,01	10(*В*)	100
2	0,02	20(*В*)	100
3	0,03	30(*В*)	100
4	0,05	50(*В*)	100
5	0,08	80(*В*)	100

4.1.3 За «нулевой» раствор принимают дистиллированную воду.

4.2 Приготовление проб анализируемого топлива

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

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

4.2.1 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.

4.2.2 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.

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

4.2.4 Раствор нагревают и переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, многократно 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.

4.3 Обработка посуды для приготовления и хранения контрольных и анализируемых растворов

4.3.1 Химически чистую посуду с пробками, предназначенную для приготовления и хранения контрольных и анализируемых растворов, перед употреблением многократно 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 атомно-абсорбционном спектрофотометре при атомизации в графитовой кювете.

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

[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 должны быть маркированы для каждой кислоты и храниться отдельно.

Таблица 2

Контролируемые параметры	Значение параметра
Аналитическая линия, нм	318,4
Лампа с полым катодом	Ванадий
Рабочий ток лампы с полым катодом, мА	30
Ширина щели монохроматора, мкм	200
Усиление ФЭУ	1
Растягивание шкалы	1:1
Расход аргона, $дм^3/ч$	78
Постоянная времени	0,2

5.3 Подготовку и включение спектрофотометра проводят в соответствии с рабочей 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 (ванадия), 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.

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	–	–	–
4	5	375–390	Атомизация
5	30	–	Остывание кюветы, продувка аргоном

5.5 Измеряют абсорбцию «нулевого», пяти–шести контрольных растворов с последовательно нарастающим содержанием ванадия 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 ванадия (C^V), $мг/дм^3$, – по оси абсцисс.

6.2 Концентрацию ванадия в анализируемых водных растворах (C_p^v, мг/дм^3) находят по градуировочному графику в соответствии с их усредненными значениями.

6.3 Концентрацию ванадия в «нулевом» растворе (C_0^v, мг/дм^3) находят так же (по градуировочному графику).

6.4 Массовую долю ванадия в топливе ($C_т^v$, %·10^4) вычисляют по формуле

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

где C_p^v – концентрация ванадия в анализируемом водном растворе, мг/дм^3;

C_0^v – концентрация ванадия в «нулевом» водном растворе, мг/дм^3;

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

m – масса анализируемого топлива, г.

6.5 За результат определения ванадия 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;

обозначение методики, по которой выполнен анализ;

результаты (массовая доля ванадия в топливе);

отклонения, отмеченные при проведении анализа.

Запись в журнале подписывает исполнитель анализа.

Протокол подписывает руководитель лаборатории и исполнитель, проводивший анализ.

8 ДОПУСТИМАЯ ПОГРЕШНОСТЬ КОНТРОЛЯ

8.1 Повторяемость

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,00001 % или 0,1·10^{-4} %.

8.2 Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, 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 ванадия

Дата проведения анализа _____

№ анализа _____

Наименование заказчика _____

_____

Наименование проб _____

Место и дата отбора пробы _____

Метод анализа _____

Примечания _____

_____

Результаты:

Величина абсорбции A, мм	Концентрация ванадия в анализируемом растворе C_p^V, мг/дм^3	Массовая доля ванадия в топливе $C_т^V$, (% $\cdot 10^4$)

_____ Контрольные рабочие растворы _____

_____ «Нулевой» раствор _____

_____ Анализируемые растворы _____

Подпись исполнителя, проводившего анализ

Приложение Б
(справочное)

ПЕРЕЧЕНЬ НОРМАТИВНЫХ ДОКУМЕНТОВ, НА КОТОРЫЕ ИМЕЮТСЯ ССЫЛКИ В СО 34.44.202–2001 (РД 153-34.1-44.202–2001)

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 6709–72	Вода дистиллированная. Технические условия	2
ГОСТ 9336–75	Аммоний ванадиевокислый мета. 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 10929–76	Водорода пероксид. Технические условия	2
ГОСТ 20292–74	Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия	2
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 25784–83	Топливо нефтяное для газотурбинных установок. Метод определения натрия, калия и кальция	4
ТУ 25.11.1560–80	Микропипетки автоматические. Технические условия	2
РД 34.44.216–96	Топливо нефтяное для газотурбинных установок. Определение ванадия методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии (прямой метод)	Вводная часть
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 6
6 Обработка результатов 7
7 Оформление результатов 8
8 Допустимая погрешность контроля 8
Приложение А 10
Приложение Б 11



ВТИ

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 № 84.

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

gost.e-ecolog.ru