РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

НОРМАТИВНЫЕ ДОКУМЕНТЫ
ДЛЯ ТЕПЛОВЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ
И КОТЕЛЬНЫХ

ТОПЛИВО НЕФТЯНОЕ ДЛЯ ГАЗОТУРБИННЫХ УСТАНОВОК

Определение ванадия методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии (прямой метод)

РД 34.44.216–96

Москва 1997

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Всероссийским теплотехническим научно-исследовательским институтом (ВТИ)

ИСПОЛНИТЕЛЬ *Э.М.Кособокова*

УТВЕРЖДЕН Департаментом науки и техники РАО "ЕЭС России"

24 декабря 1996 г.

Начальник Департамента *А.П.Берсенев*

ВЗАМЕН РТМ ВТИ 44.004–88

Периодичность проверки — 5 лет

Ключевые слова: топливо нефтяное, газотурбинная энергетическая установка, парогазовая энергетическая установка, анализ, ванадий, атомно-абсорбционная спектрофотометрия

© ВТИ, 1997

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

ТОПЛИВО НЕФТЯНОЕ ДЛЯ ГАЗОТУРБИННЫХ УСТАНОВОК

РД 34.44.216–96

Определение ванадия методом атомно-абсорбционной спектрофометрии (прямой метод)

Срок действия установить
с 1997–07–01
до 2007–07–01

Настоящий руководящий документ распространяется на нефтяное топливо, применяемое в стационарных газотурбинных и парогазовых энергетических установках, а также в газотурбинных установках водного транспорта, и рекомендует прямой метод определения ванадия с помощью атомно-абсорбционного спектрофотометра при содержании в топливе ванадия более $0{,}5 \cdot 10^{-4}$ %.

Определение ванадия при меньшем содержании его в топливе следует проводить в водных растворах газотурбинного топлива (после его озоления) по РД 34.44.202–93.

Издание официальное

Настоящий руководящий документ не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения РАО "ЕЭС России" или ВТИ

1 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Сущность метода заключается в измерении и сравнении интенсивности резонансного поглощения аналитической линии ванадия в атомных спектрах анализируемых топлив и контрольных растворов.

Поглощение измеряют на атомно-абсорбционном спектрофотометре по уменьшению интенсивности аналитической линии, испускаемой лампой полого катода (для ванадия). Излучение лампы пропускают через пламя, в которое вводят попеременно контрольные и анализируемые растворы. При этом происходит атомизация и поглощение атомами элемента резонансного излучения лампы.

Чувствительность метода для определения ванадия в топливе – $1 \cdot 10^{-5}$ %.

2 ПРИБОРЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с чувствительностью $0{,}1 \cdot 10^{-4}$ %, укомплектованный для пламенного варианта атомизации проб (пламя – ацетилен + закись азота);

лампы с полым катодом (ванадий);

весы лабораторные любого типа с пределом взвешивания 200 г и погрешностью взвешивания ±0,0001 г;

пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ (ГОСТ 29227);

бюретки вместимостью 25, 50 и 100 $см^3$ (ГОСТ 29251);

колбы мерные емкостью 25, 50, 100, 200, 250, 500, 1000 $см^3$ (ГОСТ 1770);

цилиндры измерительные емкостью 50 $см^3$ (ГОСТ 1770);

топливо реактивное ТС-1 (ГОСТ 10227);

метилизобутилкетон (МИБК) (ТУ 6-09-1432);

спирт этиловый (ГОСТ 5962);

ацетон технический;

кислота соляная концентрированная, ч.д.а.;

эталонное металлоорганическое соединение ванадия фирмы "Eastman" (Eastman Organic Chemicals) или "Conostan" (Continental Oil Company, Ponca City, USA).

Допускается применение других средств измерения и оборудования, имеющих соответствующие характеристики, а также реактивов, по качеству не уступающих указанным выше.

3 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб проводится в соответствии с требованиями ГОСТ 2517.

4 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1 Приготовление основного и рабочих контрольных растворов

4.1.1 Основной раствор, содержащий $100 \cdot 10^{-4}$ % ванадия, приготавливают в соответствии с паспортом на реактив "Eastman" или "Conostan", растворяя рассчитанную навеску соответственно в МИБК или ТС-1. Раствор хранят в холодильнике.

4.1.2 Для приготовления рабочих контрольных растворов в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ каждая наливают 5,0; 2,0; 1,0 $см^3$ основного раствора ванадия. Колбы доливают ТС-1 до метки и их содержимое перемешивают. Приготовленные рабочие растворы имеют концентрацию ванадия 5,0; 2,0; $1,0 \cdot 10^{-4}$ % ($мг/дм^3$).

Затем для получения рабочих растворов меньшей концентрации в колбы вместимостью 100 $см^3$ каждая наливают по 10 $см^3$ полученных растворов, доливают ТС-1 до метки и их содержимое перемешивают. Концентрация ванадия в полученных растворах будет составлять соответственно 0,5; 0,2 и $0,1 \cdot 10^{-4}$ % ($мг/дм^3$).

4.1.3 При эпизодических анализах в целях экономии можно использовать метод последовательного разбавления. Схема приготовления рабочих контрольных растворов приведена в таблице 1.

Таблица 1

Номер контрольного раствора	Содержание ванадия в контрольном рабочем растворе $n \cdot 10^{-4}$, %	Объем раствора (основного или рабочего), необходимого для приготовления контрольных растворов, $см^3$	Объем ТС-1, добавляемого для разбавления контрольных растворов (рабочих и основного), $см^3$
1	10	2 (основного раствора)	18
2	5	10 (№ 1)*	10
3	2.5	10 (№ 2)*	10
4	1,25	10 (№ 3)*	10
5	0,625	10 (№ 4)*	10
6	0,313	10 (№ 5)*	10
7	0,156	10 (№ 6)*	10

* В скобках даны номера контрольных растворов

4.1.4 При использовании в качестве эталонов органорастворимых соединений, выпускаемых отечественной промышленностью, следует проверять их по фирменным эталонным металлоорганическим соединениям ванадия (см. раздел 2).

4.2 Приготовление проб анализируемого топлива

4.2.1 Пробу топлива тщательно перемешивают (застывшее топливо предварительно подогревают). Навеску топлива массой примерно 5 г взвешивают на лабораторных весах с погрешностью не более ±0,0001 г и разбавляют ТС-1.

Для газотурбинных топлив допускается разбавление в 5 раз (1:4) для марки А и в 10 раз (1:9) для марки Б.

Раствор тщательно перемешивают.

Температура проб топлива и рабочих контрольных растворов должна быть одинаковой.

4.2.2 Объем растворителя ($V_{ТС-1}$) в см^3 для разбавления топлива определяют по формуле

$$V_{ТС-1} = \frac{H_т(K-1)}{\rho_{ТС-1}}, \qquad (1)$$

где $H_т$ – навеска газотурбинного топлива, г;

$\rho_{ТС-1}$ – плотность ТС-1, г/см^3;

K – коэффициент разбавления для топлива марки А – K = 5, марки Б – K = 10.

5 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1 Приготовленные в соответствии с правилами, изложенными в разделе 4, рабочие контрольные растворы и пробы топлива анализируют на спектрофотометре при атомизации в пламени горелки.

5.2 Оптимальные параметры измерения абсорбции при определении содержания ванадия в газотурбинном топливе на спектрофотомстре SP 2900 фирмы "Пай Уником" приведены в таблице 2.

Таблица 2

Контролируемые параметры	Значение параметров	Примечания
Аналитическая линия, НМ	318,4	
Рабочий ток лампы с полным катодом, мА	9,5–13,0	При значении 9,5 лучше чувствительность; при 13,0 – выше точность
Ширина щели монохроматора, мм	0,4–0,8	При значении 0,8 выше точность
Энергия начала измерений, мА	17,0	
Растягивание шкалы	×20, ×50	
Время интегрирования, с	4	
Положение горелки по высоте, мм	10–12	
Расход, дм^3/мин		
ацетилена	4,0–4,5	
закиси азота	5,0–5,5	

5.3 Спектрофотометр подготавливают к анализу и включают в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. Время прогрева прибора – 30 мин.

5.4 Перед проведением анализа для промывки, прогрева горелки и юстировки спектрофотометра в течение 3–5 мин распыливают нулевую пробу, в качестве ее используют ТС-1.

В дальнейшем перед каждым измерением в течение 10–15 с промывают горелку нулевой пробой. После окончания анализа вновь промывают горелку, сжигая нулевую пробу в течение 3–5 мин.

5.5 Вводят в пламя контрольный раствор, имеющий наименьшую концентрацию ванадия ($0{,}1\cdot10^{-4}$ %), и измеряют абсорбцию по показаниям на цифровом табло.

После промывки горелки вводят в пламя пробу анализируемого топлива и измеряют абсорбцию по табло прибора.

5.6 Если абсорбция пробы меньше абсорбции контрольного раствора, содержащего $0{,}1\cdot10^{-4}$ % ванадия, следует считать, что его содержание в топливе менее $0{,}5\cdot10^{-4}$ % (для топлива пиковых газотурбинных установок).

Если абсорбция пробы более абсорбции контрольного раствора $0{,}1\cdot10^{-4}$ %, следует более точно определить содержание ванадия в топливе.

5.7 Для точного определения содержания ванадия последовательно вводят в пламя 3–5 контрольных растворов с увеличивающейся концентрацией ванадия и измеряют абсорбцию. Затем снова вводят в пламя пробу анализируемого топлива и измеряют абсорбцию. Каждое измерение повторяют 3 раза. Весь цикл измерений повторяют дважды.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 По результатам измерений абсорбции контрольных растворов строят градуировочный график, откладывая средние значения абсорбции А по оси ординат и концентрации ванадия ($C^{V}\cdot10^{-4}$ %) — по оси абсцисс.

6.2 Усредненное значение концентрации ванадия в разбавленных пробах топлива ($C^{V}_{пр}\cdot10^{-4}$ %) находят по градуировочному графику.

6.3 Массовую долю ванадия в топливе ($C^{V}_{т}\cdot10^{-4}$ %) в процентах определяют по формуле

$$C^{V}_{т} = C^{V}_{пр}\cdot K, \qquad (2)$$

где $C^{V}_{пр}$ – концентрация ванадия в разбавленной пробе топлива;

K – соответствующий коэффициент разбавления анализируемого газотурбинного топлива (см. п. 4.2.1).

6.4 За результат определения ванадия в топливе принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

6.5 Округление результатов ведут до пятого десятичного знака.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1 Результаты испытаний регистрируют в специальном журнале (приложение А).

7.2 Результаты испытаний передаются заказчику в виде протокола, включающего:

название организации – заказчика;

наименование пробы;

место и дату отбора пробы;

обозначение методики, по которой выполнен анализ;

результаты (концентрацию ванадия в топливе);

отклонения, отмеченные при проведении анализа, если таковые имеются.

Протокол подписывают руководитель лаборатории и лицо, проводившее испытание.

8 ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

8.1 Сходимость

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

8.2 Воспроизводимость

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

Приложение А
(рекомендуемое)

ЖУРНАЛ РЕГИСТРАЦИИ
результатов испытаний топлива для определения содержания ванадия

Заказчик _____

Место и дата отбора проб	Содержание ванадия в пробе		
	единицы шкалы (отсчет)	мг/дм^3	массовая доля 10^{-4}, %
Растворы: контрольные нулевой анализируемые			

Подпись лица, проводившего исследования

Дата

Приложение Б
(справочное)

Перечень НД, на которые даны ссылки в тексте РД 34.44.216–96

Обозначение и наименование НД		Номер пункта, подпункта, на которые дана ссылка
ГОСТ 1770–74	Посуда мерная лабораторная стеклянная Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия	2
ГОСТ 2517–85	Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб	2
ГОСТ 10227–86	Топливо для реактивных двигателей. Технические условия	2
ГОСТ 18300–87	Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия	2
ГОСТ 29227–91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования	2
ГОСТ 29251–91	Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования	2
ТУ 6-09-1432–76	Метилизобутилкетон (МИБК)	2
ГОСТ 5962–67	Спирт этиловый ректификованный. Технические условия	2
РД 34.44.202–93	Топливо нефтяное для газотурбинных установок. Определение ванадия методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии (беспламенный метод)	Вводная часть

Подписано в печать 07.07.97. Печать офсетная. Формат 60x90/16.
Уч.-изд.л. 1,1. Тираж 50 экз. Зак. № 156. Заказное.

ПМБ ВТИ. 109280, Москва, ул.Автозаводская, 14/23.

gost.e-ecolog.ru