



изм 1

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

ТОПЛИВО НЕФТЯНОЕ

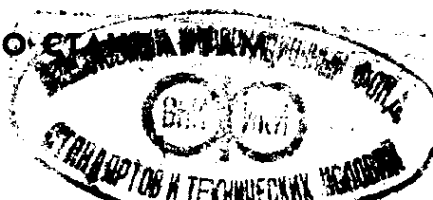
**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НАТРИЯ, КАЛИЯ И КАЛЬЦИЯ
В ГАЗОТУРБИННОМ ТОПЛИВЕ**

ГОСТ 25784—83

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ
Москва



Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

**Э. М. Кособокова, канд. техн. наук; Л. Ш. Серегина; Г. П. Новгородова;
Т. Н. Митусова, канд. техн. наук**

ВНЕСЕН Министерством энергетики и электрификации СССР

Зам. министра В. А. Лукин

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 мая 1983 г. № 2226

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. Ф. Малютина*

Сдано в наб. 01.06.83 Подп. к печ 18.07.83 0,5 п. л. 0,39 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 616

ТОПЛИВО НЕФТЯНОЕ

Метод определения натрия, калия и кальция
в газотурбинном топливе

Petroleum Fuel. Determination of Sodium,
Potassium and Calcium Content in Gas Turbine Fuels

ГОСТ
25784—83

ОКСТУ 0252

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 мая
1983 г. № 2226 срок действия установлен

с 01.07.84

до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на нефтяное топливо и устанавливает пламенно-фотометрический метод определения натрия, калия и кальция в газотурбинном топливе.

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

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Пламенный фотометр ПАЖ-1 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 $110-120^{\circ}\text{C}$.

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

Чашки платиновые.

Эксикатор типа ЭВ по ГОСТ 6371—73.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1983

Пипетки 1,2—1, 2, 5, 10 по ГОСТ 23932—79.
Капельницы 1,2—25 по ГОСТ 9876—73.
Воронки химические по ГОСТ 23932—79.
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 см³.
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.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Пропан бытовой в баллоне.

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/дм³ (0,1 н.) фиксанала хлористого натрия в дистиллированной воде.

При использовании хлористого натрия соль просушивают в сушильном шкафу при температуре 110—120 °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры, на лабораторных весах взвешивают 5,8450 г и растворяют в 1 дм³ воды.

2.1.2. Из исходного раствора готовят основной контрольный раствор с концентрацией натрия 100 мг/дм³: в мерную колбу вместимостью 500 см³ наливают 21,7 см³ раствора 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) хлористого натрия, доводят до метки дистиллированной водой и хорошо перемешивают.

Раствор можно хранить длительное время (до 6 мес) в стеклянной посуде с пробкой, а в полиэтиленовой — неограниченное время. По мере надобности на нем готовят следующие контрольные растворы: 50; 20; 10; 5; 2; 1; 0,5; 0,2; 0,1; 0,05; 0,02; 0,01 мг/дм³ натрия. Контрольные растворы удобно готовить в мерных колбах вместимостью 100 и 250 см³.

Контрольные растворы с концентрацией натрия до 1 мг/дм³ готовят из основного раствора 100 мг/дм³, а с меньшей концентрацией — из 1 мг/дм³ (таблица). Приготовленные контрольные растворы с концентрацией натрия до 3 мг/дм³ включительно можно хранить в стеклянной посуде в течение 1 мес, с концентрацией 2—0,01 мг/дм³ — немедленно переливают в полиэтиленовую емкость и хранят не более 1 мес. Для каждого контрольного раствора должна быть специально обработанная постоянная полиэтиленовая емкость.

Концентрация контрольного раствора, мг/дм ³	Объем основного контрольного раствора 100 мг/дм ³ , см ³ , для колбы объемом, см ³		Концентрация контрольного раствора, мг/дм ³	Объем основного контрольного раствора 1 мг/дм ³ , см ³ для колбы объемом, см ³	
	250	100		250	100
50	125,0	50	0,50	125,0	50
20	50,0	20	0,20	50,0	20
10	25,0	10	0,10	25,0	10
5	12,5	5	0,05	12,5	5
2	5,0	2	0,02	5,0	2
1	2,5	1	0,01	2,5	1

2.2. Приготовление контрольных растворов калия

2.2.1. Исходный раствор 0,1 моль/дм³ (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 основной контрольный раствор, содержащий 100 мг/дм³ калия.

2.2.2. В мерную колбу вместимостью 1 дм³ наливают 25,6 см³ раствора 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) хлористого калия, дистиллированной водой доводят до метки и хорошо перемешивают. Растворы меньших концентраций готовят, как указано в п. 2.1.

2.3. Приготовление контрольных растворов кальция

Для приготовления исходного раствора концентрацией 1000 мг/дм³ берут 2,5017 г высушенного при температуре 110—120 °С углекислого кальция квалификации ч. д. а., помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в 15 см³ концентрированной соляной кислоты, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают. Из него готовят контрольные растворы концентраций 100 мг/дм³ и далее, как указано в таблице.

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 см³ 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 см³ 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 см³, добавляют в нее 0,5 см³ 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. Новую посуду заливают раствором соли с концентрацией натрия, калия и кальция 300—400 мг/см³ и выдерживают посуду 1 сут.

2.5.2. 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°C, так как при этом начинает выделяться металл.

2.6. Отбор проб

2.6.1. Отбор проб — по ГОСТ 2517—80.

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 взятием навески 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.

2.7.2. Топливо выпаривают до исчезновения влаги, фиксируемой по прекращению вспенивания, затем добавляют концентрированную серную кислоту 94—96%-ную из расчета 0,5 см³ 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°C.

2.7.3. Зола в чашке обрабатывают 5 см³ концентрированной соляной кислоты из специально отведенной чистой пипетки и выпаривают досуха. Затем в чашку добавляют вначале 0,3 см³ (10 капель) концентрированной соляной кислоты, а затем 15 см³ дистиллированной воды.

2.7.4. Раствор нагревают и переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, промывая чашку дистиллированной водой. Содержимое колбы охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Для приготовления параллельных образцов используют кислоту из той же склянки, что и для нулевого раствора.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

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

3.2. Проводят фотометрирование спектра контрольных, «нулевого» и анализируемых растворов в порядке возрастания содержания примесей.

После этого проводят фотометрирование в обратной последовательности, начиная с максимального содержания, и вычисляют среднее арифметическое значение интенсивности излучения для каждого раствора. После каждого замера распыливают дистиллированную воду для промывки системы.

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 элемента (мг/дм^3). Массовую долю искомого элемента в растворе пробы (мг/дм^3) определяют на градуировочном графике по величине отсчета.

4.2. Массовую долю искомого элемента (X) $\% \cdot 10^4$ вычисляют по формуле

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

где C_1 — концентрация искомого элемента в водном растворе пробы, мг/дм^3 ;

C_0 — концентрация искомого элемента в «нулевом» водном растворе, мг/дм^3 ;

m — масса топлива, г;

200 — величина пересчета, учитывающая объем приготовляемого раствора пробы и соотношение размерностей.

4.3. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последовательных определений, допускаемые расхождения между которыми относительно вычисляемой концентрации не должны превышать:

для растворов с массовой долей металлов:

свыше $2\% \cdot 10^4$	· · · · ·	$\pm 15\%$
от 2 до $0,5\% \cdot 10^4$	· · · · ·	$\pm 30\%$
от $0,5\% \cdot 10^4$ и ниже	· · · · ·	$\pm 50\%$

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

**ЖУРНАЛ
РЕГИСТРАЦИИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ**
газотурбинного топлива на содержание натрия, кальция и калия

Содержание металлов													
Наименование образца	Масса образца, г	натрия				калия				кальция			
		в конт- рольных растворах	в анализируемых растворах	единицы шкалы (отсчет)	мг/лм³ массовая доля, % · 10⁴	в конт- рольных растворах	в анализируемых растворах	единицы шкалы (отсчет)	мг/лм³ массовая доля, % · 10⁴	в конт- рольных растворах	в анализируемых растворах	единицы шкалы (отсчет)	мг/лм³ массовая доля, % · 10⁴

Дата введения 01.07.89

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Топливо нефтяное для газотурбинных установок. Метод определения натрия, калия и кальция
Petroleum Fuel of Gas Turbines Fuels. «Determination Content of Sodium, Potassium and Calcium».

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает пламенно-фотометрический метод определения натрия, калия и кальция в топливе для газотурбинных установок».

Раздел 1. Первый абзац. Заменить обозначение: ПАЖ-1 на «типа ПАЖ»; седьмой абзац. Заменить слова: «типа ЭВ по ГОСТ 6371—73» на «по ГОСТ 25336—82»;

девятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 9876—73 на ГОСТ 25336—82.

Пункт 2.1.2. Первый абзац. Исключить слово: «основной»;

дополнить словами: «Приготовленный раствор хранят до 1 года в стеклянной посуде с пробкой, в полиэтиленовой — неограниченное время»;

второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «Контрольные растворы следующих концентраций: 50; 20; 10; 5; 2; 1; 0,5; 0,2; 0,1; 0,05; 0,02; 0,01 мг/дм³ готовят методом последовательного разбавления в соответствии с табл. 1.

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

таблицу изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 60)

Концентрация приготавливаемого 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

Пункт 2.2.1. Исключить слово: «основной».

Пункт 2.2.2. Заменить ссылку: п. 2.1 на п. 2.1.2.

Пункт 2.3. Заменить слова: «и далее, как указано в таблице» на «Растворы меньших концентраций готовят по п. 2.1.2».

Пункт 2.5.1 изложить в новой редакции: «2.5.1. Химически чистую посуду, предназначенную для хранения растворов, заливают раствором соли с концентрацией калия, натрия, кальция 300—400 мг/см³ и выдерживают 1 сут».

Пункт 2.5.2. Заменить слово: «Пробки» на «Чистые пробки».

(Продолжение см. с. 61)

зом».

Пункт 2.7.3 дополнить абзацем: «При анализе топлива используют соляную кислоту из той же склянки, что и для «нулевого» раствора».

Пункт 2.7.4 изложить в новой редакции: «2.7.4. Раствор нагревают и переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, промывая чашку несколько раз небольшим объемом дистиллированной воды. Содержимое колбы охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают».

Пункт 3.1. Заменить слова: «одного образца» на «одной пробы».

Пункт 3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Проводят фотометрирование контрольных (в порядке возрастания концентраций металлов), «нулевого» и анализируемых растворов»;

второй абзац. Исключить слова: «начиная с максимального содержания».

Пункт 4.1. Заменить слова: «элемента» на «металла», «Массовую долю искомого элемента в растворе пробы (мг/дм³) определяют на градуировочном графике по величине отсчета» на «Концентрацию каждого металла в растворе пробы (мг/дм³) определяют на градуировочном графике по средней величине отсчета (п. 3.2)».

Пункт 4.2. Заменить слова: «Массовую долю искомого элемента» на «Концентрацию определяемого металла», «искомого элемента» на «определяемого металла» (2 раза).

Пункт 4.3 исключить.

Пункт 4.4. Исключить слово: «обязательное».

Стандарт дополнить разделом — 5:

«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 не превышают значений, указанных в табл. 2.

Т а б л и ц а 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

Приложение изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 62)

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

Табл

Обозначение раствора	Концентрация металлов в контрольных и анализируемых растворах										Ма пр
	натрия			калия			кальция				
	единицы шкалы (отсчет)	мг/дм³	%·10⁴	единицы шкалы (отсчет)	мг/дм³	%·10⁴	единицы шкалы (отсчет)	мг/дм³	%·10⁴		
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 I	19—20	0,12	0,34	14—16	0,04	0,14	25—26	0,29	1,43	5,03	—

(ИУС № 4 1989 г.)