

Топлива авиационные газотурбинные
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НАФТАЛИНОВЫХ
УГЛЕВОДОРОДОВ МЕТОДОМ УЛЬТРАФИОЛЕТОВОЙ
СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ**

Палівы авіяцыйныя газатурбінныя
**ВЫЗНАЧЭННЕ ЎТРЫМАННЯ НАФТАЛІНАВЫХ
ВУГЛЕВАДАРОДАЎ МЕТАДАМ УЛЬТРАФІЯЛСТАВАЙ
СПЕКТРАФОТАМЕТРЫІ**

(ASTM D 1840-03, IDT)

Издание официальное

БЗ 4-2006



Ключевые слова: нефтепродукты, топлива авиационные, метод определения, углеводороды нафталиновые, спектрофотометрия ультрафиолетовая

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)» ВНЕСЕН отделом стандартизации Госстандарта Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 19 апреля 2006 г. № 18

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту Американского общества по испытаниям и материалам ASTM D 1840-03 «Standard Test Method for Naphthalene Hydrocarbons in Aviation Turbine Fuels by Ultraviolet Spectrophotometry» (ASTM D 1840-03 «Стандартный метод определения содержания нафталиновых углеводородов в авиационных турбинных топливах методом ультрафиолетовой спектрофотометрии»).

Стандарт ASTM D разработан Комитетом ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам, прямую ответственность за него несет подкомитет D02.04 по анализу углеводородов.

В стандарт внесено редакционное изменение: наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования стандарта ASTM D с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ТКП 1.5-2004(04100).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, имеется в БелГИСС.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Терминология	1
4 Сущность метода	2
5 Значение и применение.....	2
6 Мешающее влияние.....	3
7 Аппаратура	3
8 Растворители.....	4
9 Калибровка и стандартизация	4
10 Метод А. Последовательное разбавление	4
11 Метод В. Альтернативное разбавление до 100 мл	5
12 Расчеты	6
13 Протокол испытаний.....	6
14 Эталонный спектр.....	6
15 Точность и отклонение метода	6

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Топлива авиационные газотурбинные
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НАФТАЛИНОВЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ
МЕТОДОМ УЛЬТРАФИОЛЕТОВОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИПалівы авіяцыйныя газатурбінныя
ВЫЗНАЧЭННЕ ўТРЫМАННЯ НАФТАЛІНАВЫХ ВУГЛЕВАДАРОДАЎ
МЕТАДАМ УЛЬТРАФІЯЛЕТАВАЙ СПЕКТРАФОТАМЕТРЫ

Aviation turbine fuels

Determination of content of naphthalene hydrocarbons by ultraviolet spectrophotometry

Дата введения 2006-11-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения суммарного содержания нафталина, аценафтена и алкилированных производных данных углеводородов в авиационных турбинных топливах с применением ультрафиолетовой спектрофотометрии.

Данный метод предназначен для анализа топлив с температурой конца кипения до 315 °С (600 °F) и содержащих не более 5 % определяемых компонентов. Однако при выполнении программы межлабораторных испытаний показатели точности настоящего метода были определены при содержании нафталиновых углеводородов 0,03 – 4,25 % об. по методу А и 0,08 – 5,6 % об. по методу В. Настоящий метод позволяет определять максимально возможное содержание нафталинов.

1.2 Значения, выраженные в единицах СИ, следует считать стандартными. Значения, выраженные в дюймах и фунтах, являются справочными.

1.3 Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем безопасности, связанных с его применением, если они существуют. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение техники безопасности, охрану здоровья человека и определение границ применимости стандарта до начала его применения. Особые меры предосторожности приведены в 8.1 и 8.2.

2 Нормативные ссылки

2.1 Стандарты ASTM¹:

ASTM E 131 Терминология по молекулярной спектроскопии

ASTM E 169 Руководство по основным методам количественного анализа в ультрафиолетовой и видимой области спектра

ASTM E 275 Руководство, содержащее описание и эксплуатационные характеристики спектрофотометров в ультрафиолетовой, видимой и ближней инфракрасной области спектра

3 Термины и определения

3.1 Определения

3.1.1 В настоящем стандарте применяют термины и символы, относящиеся к абсорбционной спектроскопии, установленные в ASTM E 131. Особое значение имеют следующие термины:

3.1.1.1 **энергия излучения** (radiant energy): Энергия, переносимая электромагнитными волнами.

3.1.1.2 **поток излучения P** (radiant power P): Скорость переноса энергии в потоке энергии излучения.

¹ Информацию о ссылочных стандартах можно найти на веб-сайте ASTM www.astm.org или получить в службе работы с потребителями по адресу service@astm.org. Информацию о Ежегоднике стандартов ASTM можно найти на странице Document Summary на веб-сайте.

3.2 Определения терминов, установленных в настоящем стандарте:

3.2.1 **оптическая плотность A** (absorbance A): Молекулярное свойство вещества, характеризующее его способность поглощать энергию излучения:

$$A = \log_{10}(1/T) = -\log_{10} T, \quad (1)$$

где T – коэффициент пропускания (см. 3.2.5).

3.2.1.1 Иногда требуется корректировка наблюдаемого коэффициента пропускания (фиксируемого спектрофотометром) путем введения поправки на потери, обусловленные отражением, поглощением растворителем и эффектами преломления.

3.2.2 **удельный коэффициент поглощения a** (absorptivity a): Специфическое свойство вещества поглощать энергию излучения раствором единичной концентрации при единичной толщине светопоглощающего слоя:

$$a = A / b \cdot c, \quad (2)$$

где A – оптическая плотность (см. 3.2.1);

b – толщина светопоглощающего слоя в кювете;

c – количество поглощающего вещества, содержащееся в единице объема растворителя.

3.2.2.1 Количественные определения в ультрафиолетовой области спектра основываются на законе поглощения Бугера-Ламберта-Бера. Согласно закону, оптическая плотность однородной пробы, содержащей абсорбирующее вещество, прямо пропорциональна концентрации поглощающего вещества при определенной длине волны:

$$A = a \cdot b \cdot c, \quad (3)$$

где A – оптическая плотность (см. 3.2.1);

a – удельный коэффициент поглощения (см. 3.2.2);

b – толщина светопоглощающего слоя в кювете;

c – количество поглощающего вещества, содержащееся в единице объема растворителя.

3.2.3 **концентрация c** (concentration c): Количество нафталиновых углеводородов в граммах, содержащееся в одном литре изооктана.

3.2.4 **толщина светопоглощающего слоя в кювете b** (sample cell path length b): Расстояние в сантиметрах, измеренное в направлении распространения потока энергии излучения, между поверхностями падения и выхода потока энергии излучения, проходящего через анализируемую пробу.

3.2.4.1 Данное расстояние не включает толщину стенок кюветов, в которой содержится проба.

3.2.5 **коэффициент пропускания T** (transmission T): Молекулярное свойство вещества, характеризующее его способность уменьшать интенсивность проходящего через него излучения:

$$T = P / P_0, \quad (4)$$

где P – поток излучения, прошедшего через пробу;

P_0 – поток излучения, падающего на пробу.

4 Сущность метода

4.1 Суммарное содержание нафталиновых углеводородов в авиационных турбинных топливах определяют измерением оптической плотности раствора топлива известной концентрации при длине волны 285 нм.

5 Значение и применение

5.1 Настоящий метод определения содержания нафталиновых углеводородов является одним из методов оценки характеристик горения авиационных турбинных топлив с температурой кипения, находящейся в диапазоне температур кипения керосина. Необходимость определения содержания нафталиновых углеводородов обусловлена тем, что данные соединения при сжигании оказывают относительно большее влияние на образование сажи и копоти и на увеличение теплового излучения пламени по сравнению с одноядерными ароматическими углеводородами.

6 Мешающее влияние

6.1 Присутствие мешающих соединений приводит к завышенным результатам при определении содержания нафталиновых углеводородов. Фенантрены, дибензотиофены, бифенилы, бензотиофены и антрацены оказывают мешающее влияние. Мешающее влияние этих соединений, за исключением бензотиофенов и бифенилов, сводится к минимуму путем ограничения применимости настоящего метода испытания для топлив с температурой конца кипения до 315 °С. Данные для оценки мешающего влияния вышеупомянутых соединений при их однопроцентном содержании приведены в таблице 1.

6.2 Насыщенные углеводороды, олефины, тиофены и алкильные или циклоалкильные производные бензола не являются мешающими соединениями.

Таблица 1 – Мешающие соединения

Тип мешающего соединения	Погрешность определения содержания нафталиновых углеводородов, вызванная присутствием 1 % мешающего соединения, %
Фенантрены	2
Дибензотиофены	2
Бифенилы	1
Бензотиофены	0,6
Антрацены	0,1

7 Аппаратура

7.1 Спектрофотометр для измерения оптической плотности растворов в спектральном диапазоне длин волн от 240 до 300 нм с шириной щели 1 нм и меньше. Значения измеряемых длин волн должны воспроизводиться с погрешностью менее 0,1 нм, определяемой по ртутной линии излучения при 253,65 нм или по линии спектра поглощения либо раствора оксида гольмия при 287,1 нм, либо стеклянного фильтра из оксида гольмия при 287,5 нм. При величине оптической плотности 0,4 в диапазоне длин волн от 240 до 300 нм результаты измерений поглощения должны воспроизводиться с погрешностью не более $\pm 0,5$ %. В интервале значений оптической плотности 0,2 – 0,8 фотометрическая погрешность при измерении поглощения образцов, оптическая плотность которых была установлена поверочной лабораторией, должна составлять не более $\pm 0,5$ %.

7.1.1 Для контроля точности установки длины волны и фотометрической погрешности спектрофотометров многие изготовители предоставляют вторичные эталоны, прослеживаемые по первичным эталонам NIST (Национального института стандартов и технологий США). Эти материалы можно использовать для проверки спектрофотометра при условии, что они периодически подвергаются калибровке в соответствии с рекомендациями изготовителя.

7.2 Перед началом измерений и далее периодически необходимо проверять способность оборудования функционировать таким образом, чтобы результаты измерений были эквивалентны результатам, описанным в 7.1.

Примечание 1 – Рекомендуемые методы проверки спектрофотометров, используемых в данном методе анализа, приведены в ASTM E 275. Другими предпочтительными соединениями, альтернативными указанным в 7.1, являются бихромат калия в хлорной кислоте (NIST SRM серии 935, описанный в ASTM E 275), используемый для контроля фотометрической погрешности, и раствор нафталина высокой степени чистоты (> 99 %) в изооктане спектроскопической чистоты с концентрацией 20 мг/л – для контроля точности длины волны. Последний раствор имеет дополнительный максимум при длине волны 285,7 нм. Раствор нафталина не должен использоваться для контроля фотометрической погрешности.

7.3 Две кварцевые кюветы с толщиной $1,00 \pm 0,005$ см.

7.4 Пипетки класса А.

7.5 Бумага для протирания оптических стекол.

7.6 Весы, обеспечивающие взвешивание 100 г продукта с точностью до 0,0001 г. Весы должны иметь погрешность не более $\pm 0,0002$ г при нагрузке в 100 г.

8 Растворители

8.1 Спектроскопический 2,2,4-триметилпентан (изооктан). (Предупреждение. Изооктан – легко воспламеняющаяся жидкость, вдыхание паров вредно).

Примечание 2 – Изооктан спектроскопической чистоты имеется в продаже. Для приготовления спектроскопического растворителя может использоваться технический изооктан. Для этого около 4 – 5 л технического изооктана пропускают через колонку диаметром от 50,8 до 76,2 мм и длиной от 0,6 до 0,9 м с активированным силикагелем (74 мкм). Собирают только ту часть растворителя, коэффициент пропускания которой составляет более 90 % относительно дистиллированной воды в диапазоне длин волн от 240 до 300 нм. Хранят растворитель всегда закрытым в тщательно вымытых склянках с притертой пробкой. При приготовлении новой порции растворителя лучше использовать свежий силикагель. Тем не менее силикагель можно регенерировать следующим образом: через колонку пропускают 500 мл ацетона и высушивают ее отсасыванием ацетона, после чего нагревают гель в виде тонких слоев в сушильной печи при температуре 400°C, пока не восстановится белый цвет. Активированный силикагель хранят в закрытых сосудах.

8.2 Растворители для очистки кювет – ацетон или этиловый спирт с остатком после выпаривания не более 10 мг/кг (Предупреждение. Ацетон и этиловый спирт являются легковоспламеняющимися жидкостями, вдыхание их паров вредно.)

Примечание 3 – Реактивы Американского химического общества (ACS) имеют остаток после выпаривания не более 10 мг/кг и поэтому могут использоваться без дополнительных испытаний.

9 Калибровка и стандартизация

9.1 Вместо калибровки спектрофотометра с использованием растворов нафталина известной концентрации можно использовать среднее значение удельного коэффициента поглощения нафталиновых углеводородов $C_{10} - C_{13}$ при длине волны 285 нм, равное 33,7 л/г·см. Данные для расчета среднего значения приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Данные, представленные в научно-исследовательском проекте 44 Американского института нефти (API)

Наименование соединения	Серийный номер API	л/г·см
Нафталин	605	28,5
1-метилнафталин	539	32,0
2-метилнафталин	572	22,9
1,2-диметилнафталин	215	37,3
1,3-диметилнафталин	216	36,4
1,4-диметилнафталин	217	43,5
1,5-диметилнафталин	218	54,0
1,6-диметилнафталин	219	36,4
1,7-диметилнафталин	220	36,0
1,8-диметилнафталин	221	46,0
2,3-диметилнафталин	222	22,0
2,6-диметилнафталин	226	21,3
2,7-диметилнафталин	224	23,5
1-изопропилнафталин	203	31,7

10 Метод А. Последовательное разбавление

Примечание 4 – На усмотрение пользователя может быть использован альтернативный метод В.

10.1 Рекомендуемые технические приемы последовательного разбавления приведены в ASTM E 169. Особое внимание необходимо уделить разделам, касающимся обращения с кюветами и стеклянной посудой, их очистки, настройки оборудования и способа измерения оптической плотности.

10.2 Методом последовательного разбавления готовят три раствора пробы.

10.2.1 Первое разбавление. Если топливо более летучее, чем изооктан, то 10 – 15 мл спектроскопического изооктана добавляют в чистую сухую мерную колбу вместимостью 25 мл с притертой пробкой. Далее в колбе взвешивают около 1 г пробы топлива, доводят раствор до метки спектроско-

пическим растворителем и тщательно перемешивают. Если топливо менее летучее, чем изооктан, то в колбе взвешивают около 1 г пробы топлива, доводят раствор до метки спектроскопическим растворителем и тщательно перемешивают.

10.2.2 Второе разбавление. Пипеткой отбирают 5,00 мл первого раствора в мерную колбу вместимостью 50 мл с притертой пробкой, доводят раствор до метки спектроскопическим изооктаном и тщательно перемешивают.

10.2.3 Третье разбавление. 5,00 мл второго раствора разбавляют до 50 мл таким же способом, как описано в 10.2.2.

10.3 Определение поправки на кювету. Измеряют и записывают значение оптической плотности спектроскопического изооктана в кювете для пробы относительно спектроскопического изооктана в кювете для растворителя.

10.4 Измерение оптической плотности. Кювету спектрофотометра для пробы заполняют приготовленным конечным раствором. Для предотвращения переноса ароматических углеводородов из кюветы с пробой в кювету с растворителем кюветы сразу же закрывают. Проверяют чистоту стекол поглощающих кювет. Оптическую плотность измеряют в соответствии с ASTM E 169. Записывают значение оптической плотности пробы относительно спектроскопического изооктана при 285 нм.

Примечание 5 – Для обеспечения максимальной воспроизводимости результатов необходимо контролировать разбавление пробы. Оптическая плотность разбавленной пробы должна находиться в интервале значений 0,2 – 0,8. Для соблюдения этого условия может потребоваться третье разбавление, альтернативное указанному в 10.2.3, например разбавление растворителем 10 мл второго раствора до 25 мл.

11 Метод В. Альтернативное разбавление до 100 мл

11.1 Метод однократного разбавления приведен в качестве альтернативной процедуры для уменьшения продолжительности анализа и исключения ошибок, связанных с применением стеклянной посуды, очисткой и разбавлением.

11.2 Рекомендуются технические приемы однократного разбавления приведены в ASTM E 169. Особое внимание необходимо уделить разделам, касающимся обращения с кюветами и стеклянной посудой, их очистки, настройки оборудования и способа измерения оптической плотности.

11.3 Приготовление раствора пробы. Соответствующее количество топлива вносят в чистую, сухую, взвешенную мерную колбу вместимостью 100 мл. Записывают массу с точностью до 0,0001 г. Разбавляют до метки спектроскопически чистым изооктаном, закрывают колбу и тщательно перемешивают.

11.3.1 В таблице 3 приведены массы проб топлива, соответствующие таким концентрациям нафталиновых углеводородов, при которых значение оптической плотности лежит в интервале 0,2 – 0,8, с учетом указаний примечания 7. Масса пробы, равная 60 мг, является достаточной для анализа типовых турбинных топлив с объемной долей нафталиновых углеводородов 0,8 – 3,0 %.

Примечание 6 – Удобным инструментом для добавления необходимого объема топлива является микропипетка. Если относительная плотность топлива не известна на момент приготовления пробы, то используют приблизительное значение 0,8.

11.4 Определение поправки на кювету. Определение проводят согласно 10.3.

11.5 Измерение оптической плотности. Измерение проводят согласно 10.4.

Таблица 3 – Масса и объем пробы топлива для приготовления методом однократного разбавления раствора нафталиновых углеводородов с такой объемной долей, при которой оптическая плотность находится в диапазоне 0,2 – 0,8 единиц (относительная плотность принимается равной 0,8)

Объем пробы, мл	Масса пробы, мг	Объемная доля нафталиновых углеводородов при предполагаемой оптической плотности 0,2 единицы, %	Объемная доля нафталиновых углеводородов при предполагаемой оптической плотности 0,8 единиц, %
0,050	40	1,2	4,8
0,075	60	0,8	3,2
0,100	80	0,6	2,4
0,150	120	0,4	1,6
0,200	160	0,3	1,2
0,300	240	0,2	0,8

12 Расчеты

12.1 Массовую долю нафталиновых углеводородов в пробе рассчитывают по формуле

$$\text{Нафталиновые углеводороды, массовая доля, \%} = (AK / 33,7W) \times 100, \quad (5)$$

где A – скорректированная оптическая плотность (измеренная оптическая плотность за вычетом поправки на кювету) анализируемого раствора.

Для метода А, предусматривающего последовательные разбавления согласно разделу 10:

K – эквивалентный объем растворителя, л, рассчитанный исходя из предположения, что конечный раствор готовился методом однократного разбавления. Для первого разбавления $K = 0,025$, для второго разбавления $K = 0,25$, для третьего разбавления $K = 2,5$. Для разбавления, альтернативного третьему, $K = 0,625$.

Для метода В, предусматривающего разбавление до 100 мл согласно разделу 11:

$$K = 0,10,$$

W – масса пробы, г,

33,7 – среднее значение удельного коэффициента поглощения нафталиновых углеводородов

$C_{10} - C_{13}$, л/г·см.

12.2 Объемную долю нафталиновых углеводородов рассчитывают по формуле

$$\text{Нафталиновые углеводороды, объемная доля, \%} = M \times (B / C), \quad (6)$$

где M – массовая доля нафталиновых углеводородов;

B – относительная плотность топлива (15 °С/15 °С);

C – относительная плотность нафталиновых углеводородов (15 °С/15 °С), равная 1,00.

13 Протокол испытаний

13.1 Значения объемной доли нафталиновых углеводородов в процентах указывают с точностью до 0,01 %.

14 Эталонный спектр

14.1 Значения удельных коэффициентов поглощения отдельных нафталиновых углеводородов при 285 нм берут из каталога API для ультрафиолетовой области спектра, содержащего данные, полученные в ходе научно-исследовательского проекта 44 (см. таблицу 2).

Примечание 7 – Среднее арифметическое указанных выше удельных коэффициентов поглощения составляет 33,7. Достоверность среднего значения удельного коэффициента поглощения для выбранных индивидуальных нафталинов можно проверить по таблице 2.

15 Точность и отклонение метода

15.1 Точность²

Точность настоящего метода определена посредством статистической обработки результатов межлабораторных испытаний. Точность метода А определена в результате статистической обработки результатов межлабораторных испытаний проб топлива с объемной долей нафталиновых углеводородов 0,03 – 4,25 %. Точность метода В определена в результате обработки результатов межлабораторных испытаний проб топлива с объемной долей нафталиновых углеводородов 0,08 – 5,6 %. Точность настоящего метода характеризуют:

15.1.1 Сходимость (повторяемость)

Расхождение между двумя последовательными результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при постоянных условиях испытания на идентичном испытуемом продукте в течение продолжительного периода времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превышать значение:

$$\text{Сходимость для метода А} = 0,0222 (1,00 + X), \quad (7)$$

² Подтверждающие данные для метода А (раздел 10) находятся в штаб-квартире ASTM и могут быть получены по запросу RR: D02-1375.

$$\text{Сходимость для метода B} = 0,056 X^{0,6}, \quad (8)$$

где X – среднее арифметическое значение двух результатов определения объемной доли, %.

15.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в различных лабораториях с идентичным испытуемым продуктом в течение продолжительного периода времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превышать значение:

$$\text{Воспроизводимость для метода A} = 0,0299 (1,00 + X), \quad (9)$$

$$\text{Воспроизводимость для метода B} = 0,094 X^{0,6}, \quad (10)$$

где X – среднее арифметическое значение двух результатов определения объемной доли, %.

Примечание 8 – Использование оборудования, не соответствующего указанным в 7.1 техническим требованиям, может привести к снижению точности результатов.

15.2 Отклонение

Для метода определения содержания нафталиновых углеводородов, приведенного в настоящем стандарте, отклонение не может быть определено, так как коэффициент поглощения зависит от соотношения отдельных нафталиновых производных в пробе топлива.

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 05.05.2006	Подписано в печать 19.06.2006	Формат бумаги 60x84/8.	Бумага офсетная.
Печать ризографическая	Усл. печ. л. 1,39	Уч.-изд. л. 0,54	экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
НП РУП "Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)"
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004
БелГИСС, 220113, г. Минск, ул. Мележа, 3