МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ COBET ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (МГС) INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ ΓΟCT 34241— 2017

ТОПЛИВА РЕАКТИВНЫЕ

Определение меди методом атомно-абсорбционной спектрометрии с графитовой печью

Издание официальное



Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

- 1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5
- 2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»
- 3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 августа 2017 г. № 102-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

- 4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 октября 2017 г. № 1307-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34241—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.
- 5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 6732-04 (2015) «Стандартный метод определения меди в реактивных топливах атомно-абсорбционной спектрометрией с графитовой печью» («Standard test method for determination of copper in jet fuels by graphite furnace atomic absorption spectrometry», IDT).

Стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы», и непосредственную ответственность за него несет Подкомитет D02.03 «Элементный анализ».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта ASTM для приведения в соответствие с FOCT 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2017

ГОСТ 34241-2017

Содержание

пасть применения				٠		٠, .				-	-		-		-	-		4	4		*	×	٨	٠.		•	٠,		,				1
омативные ссылки			i k			è,		è.								_													·				1
омины и определения													4																				1
цность метода																																. :	2
значение и применение	٠.		*		•								-																			. :	2
шающие факторы				. ,							-																					. :	2
паратура	٠.										2																					. :	2
активы и материалы										-	-		-			-													÷			. :	3
бор проб											-											÷										. :	3
плибровка и стандартизация	٠.	× -								-	-		-				٠.				4	ķ		٠.								. :	3
ооведение испытаний											-					-																. •	4
зчисления,																																. !	5
пись результатов											_																		į.			. 1	6
нтроль качества											-											÷					٠,	*				. 1	6
рецизионность и смещение .										÷	•				•						÷	÷		. ,	×	×			·			. :	7
ожение X1 (рекомендуемое)	Ко	нт	00	пь	ка	че	СТ	ва			_		-				٠.															. 1	8
стандартам																																. !	9
	омативные ссылки	омативные ссылки	омативные ссылки омины и определения цность метода значение и применение шающие факторы активы и материалы бор проб пибровка и стандартизация оведение испытаний онись результатов онтроль качества ожение X1 (рекомендуемое) Контрожение ДА (справочное)	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы активы и материалы бор проб пибровка и стандартизация оведение испытаний ычисления онтроль качества ожение X1 (рекомендуемое) Контроложение ДА (справочное) Сведения	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы активы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний ычисления онгроль качества ожение X1 (рекомендуемое) Контроль ожение ДА (справочное) Сведения о ск	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы активы и материалы бор проб активы и стандартизация оведение испытаний ычисления онгроль качества ожение X1 (рекомендуемое) Контроль ка	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы паратура активы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний внись результатов онтроль качества рецизионность и смещение рожение X1 (рекомендуемое) Контроль каче	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы паратура активы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний внись результатов онтроль качества ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качест	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы активы и материалы бор проб активы и стандартизация оведение испытаний ычисления онгроль качества рецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы паратура вктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний вчисления внись результатов онтроль качества ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения цность метода значение и применение шающие факторы паратура октивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний ычисления онгроль качества онгроль качества ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества ожение ДА (справочное) Сведения о соответствии о	омативные ссылки омины и определения щность метода вначение и применение шающие факторы паратура вктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний внисления внисления внисления онтроль качества ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения щность метода вначение и применение шающие факторы паратура вктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний внисления внисления внисления онтроль качества оецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы ларатура октивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний ычисления онгроль качества рецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы паратура вктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний вчисления внись результатов онтроль качества оецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения цность метода значение и применение шающие факторы паратура октивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний ычисления онгроль качества онгроль качества ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества ожение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных	омативные ссылки омины и определения щность метода вначение и применение шающие факторы паратура вктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний внисления. внисления. онтроль качества рецизионность и смещение рожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения щность метода вначение и применение шающие факторы паратура вктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний вчисления внись результатов онтроль качества оецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы паратура октивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний ычисления онгроль качества рецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества ожение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных станда	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы активы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний ычисления. онгроль качества оецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения щность метода вначение и применение шающие факторы паратура вктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний вчисления. внись результатов онтроль качества оецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы паратура активы и материалы бор проб пибровка и стандартизация оведение испытаний ычисления. онтроль качества рецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества ожение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов	омативные ссылки омины и определения цность метода значение и применение шающие факторы паратура октивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний ычисления онись результатов онтроль качества оецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества ожение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов ме	омативные ссылки омины и определения щность метода вначение и применение шающие факторы паратура вктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний вчисления. внись результатов онтроль качества оецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения щность метода вначение и применение шающие факторы паратура вктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний внисления. внисления. внисления оведение обедение испытатов онтроль качества оецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы паратура активы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний ычисления. онтроль качества рецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества ожение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосу	омативные ссылки омины и определения цность метода значение и применение шающие факторы паратура октивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний ычисления онгроль качества рецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества ожение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосуда	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы паратура активы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний вчисления. онтроль качества рецизионность и смещение рожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества рожение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосудар	омативные ссылки омины и определения щность метода вначение и применение шающие факторы паратура вктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний вчисления. внись результатов онтроль качества оецизионность и смещение ожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы паратура эктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний вчисления. онтроль качества рецизионность и смещение рожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества рожение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударстве	омативные ссылки омины и определения щность метода значение и применение шающие факторы паратура вктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация оведение испытаний вчисления. внись результатов онтроль качества рецизионность и смещение рожение X1 (рекомендуемое) Контроль качества	омативные ссылки омины и определения щность метода вначение и применение шающие факторы паратура вктивы и материалы бор проб влибровка и стандартизация ооведение испытаний внисления вни	ласть применения. римативные ссылки римины и определения дность метода вначение и применение шающие факторы паратура активы и материалы бор проб плибровка и стандартизация роведение испытаний вначения. вначения в

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТОПЛИВА РЕАКТИВНЫЕ

Определение меди методом атомно-абсорбционной спектрометрии с графитовой печью

Jet fuels. Determination of copper by atomic absorption spectrometry with graphite furnace

Дата введения — 2019-07-01

1 Область применения

- 1.1 Настоящий стандарт устанавливает определение меди в топливах для реактивных двигателей в диапазоне от 5 до 100 мкг/кг методом атомно-абсорбционной спектрометрии с использованием графитовой печи. Содержание меди более 100 мкг/кг можно определить разбавлением образца керосиновой фракцией для доведения содержание меди до вышеуказанного диапазона. При разбавлении образца установленную прецизионность не применяют.
 - Значения, установленные в единицах СИ, считают стандартными.
- 1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

2.1 Стандарты ASTM¹):

ASTM D 4057, Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 4306, Practice for aviation fuel sample containers for tests affected by trace contamination (Практическое руководство по испытанию контейнеров для образцов авиационного топлива на наличие следовых загрязнений)

ASTM D 6299, Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Практика применения методов статистического контроля качества при оценке работы аналитической измерительной системы)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Определения

- 3.1.1 мощность излучения P (radiant power): Скорость, с которой энергия перемещается в пучке энергии излучения.
- 3.1.2 коэффициент пропускания Т (transmittance): Отношение мощности излучения, пропускаемого материалом, к мощности излучения, падающего на него.

¹⁾ Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM www.astm.org или в службе поддержки клиентов ASTM service@astm.org. В информационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

3.2 Определение терминов, специфичных для настоящего стандарта

3.2.1 оптическая плотность A (absorbance): Десятичный логарифм величины, обратной коэффициенту пропускания Т

$$A = \log_{10} (1/T) = -\log_{10} T. \tag{1}$$

3.2.2 интегральная оптическая плотность A_i (integrated absorbance): Интегральная площадь под пиком оптической плотности, генерированная атомно-абсорбционным спектрометром.

4 Сущность метода

- 4.1 Графитовую печь устанавливают соосно со световым путем атомно-абсорбционного спектрометра с функцией коррекции фона. Аликвоту образца (обычно 10 мкл) наносят пипеткой на платформу в печи. Печь нагревают до минимально низкой температуры, чтобы полностью высушить образец без разбрызгивания. Затем нагревают печь до умеренной температуры для удаления избытка матрицы образца. Далее очень быстро нагревают печь до высокой температуры, достаточной для испарения определяемого элемента. Во время этой стадии спектрометр измеряет количество излучения, поглощенного атомами меди.
- 4.2 Измеряют поглощенное излучение в течение точно установленного времени. Интегральную оптическую плотность A_i меди, присутствующей в испытуемых образцах, сравнивают с калибровочной кривой, построенной по значениям A_i, измеренным для стандартных образцов металлоорганических соединений.

5 Назначение и применение

5.1 При высоких температурах авиационные турбинные топлива могут окисляться и образовывать нерастворимые отложения, вредные для систем авиационных двигателей. Даже низкие концентрации меди (более 50 мкг/кг) могут значительно ускорить термическое разложение авиационного турбинного топлива. Системы подачи авиационного топлива в морской авиации оснащены медно-никелевыми трубопроводами, которые могут ловышать содержание меди в топливе. Настоящий метод можно применять для контроля содержания меди в образцах авиационного топлива, взятого на борту корабля, на нефтеперерабатывающих заводах и топливных хранилищах.

6 Мешающие факторы

6.1 Помехи чаще всего возникают из-за поглощения излучения атомами других элементов, отличающимися от атомов, представляющих интерес. Обычно это происходит из-за наличия недиссоциированных частиц молекул образца. Программирование режима работы последовательного обжига печи используют до стадии атомизации для удаления возможно большего количества основной массы образца (матрицы). Спектрометры оснащены коррекцией фона для дальнейшего контроля возможности ошибочных результатов за счет молекулярного поглощения.

7 Аппаратура

7.1 Спектрометр атомно-абсорбционный

Применяют атомно-абсорбционный слектрометр с возможностью установки длины волны на 324,8 нм, ширины щели обычно на 0,7 нм и с функцией интегрирования площади пика при измерениях атомов и фона. Спектрометр должен быть оснащен:

- 7.1.1 Лампой с полым медным катодом в качестве источника монохроматического излучения.
- 7.1.2 Устройством коррекции фона, охватывающим диапазон длины волны 324,8 нм.
- 7.1.3 Печью графитовой атомизатором, в которой используют графитовые трубки, покрытые слоем пиролизного графита с платформами Львова.
- 7.2 Автодозатор или пипетатор ручной, обеспечивающие воспроизводимую подачу в графитовую печь (10.0 ± 0.5) мкл аликвоты образцов, стандартных растворов и холостой пробы.
 - Весы аналитические, обеспечивающие взвешивание (100,0000 ± 0,0001) г.

8 Реактивы и материалы

8.1 Чистота реактивов

Используют химические вещества квалификации х. ч. Если нет других указаний, все реактивы должны соответствовать спецификациям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества²). Можно использовать реактивы другой квалификации, если предварительно установлено, что они имеют достаточно высокую степень чистоты и их использование не снижает точность результатов испытания.

- 8.2 Керосин без запаха или с незначительным запахом, профильтрованный через силикагель.
- 8.3 Стандартный раствор металлорганического соединения, содержащий 100 мг/кг меди, или многоэлементный стандартный раствор, содержащий 100 мг/кг меди.
 - 8.4 Силикагель 100—200 меш.
- 8.5 Газообразный аргон с содержанием основного вещества 99,999 % для системы газового потока графитовой печи. (Предупреждение — Аргон — сжатый газ под высоким давлением.)
- 8.6 Образцы контроля качества (QC), являющиеся предпочтительно порциями одной или нескольких керосиновых фракций, стабильные и представительные для образцов, представляющих интерес. Образцы QC можно использовать для проверки правильности процесса испытания, как приведено в разделе 14. В день проверки используют стабильный концентрированный QC образец и разбавляют его до требуемого уровня следового количества.

9 Отбор проб

- 9.1 Отбор проб по ASTM D 4057.
- Образцы следует тщательно перемешать в их контейнерах непосредственно перед испытанием.

10 Калибровка и стандартизация

10.1 Приготовление стандартных растворов

10.1.1 Промежуточный исходный стандартный раствор с номинальным содержанием меди 1 мг/кг

Точно взвешивают 0,50 г исходного раствора металлорганического соединения (100 мг/кг по меди) в соответствующем контейнере (который можно герметично закрыть для перемешивания). (Все массы определяют с точностью до 0,0001 г.) Описание пригодных контейнеров для образцов приведено в ASTM D 4306. Добавляют керосиновую фракцию без запаха для доведения общей массы до 50,00 г. Контейнер герметично закрывают и хорошо перемешивают его содержимое. Вычисляют фактическую концентрацию по 12.1.1.

10.1.2 Рабочие стандартные растворы с номинальным содержанием меди 20, 40, 60, 80 и 100 мкг/кг

В пять соответствующих контейнеров точно взвешивают 0,20; 0,40; 0,60; 0,80 и 1,00 г (все массы измеряют с точностью до 0,0001 г) промежуточного исходного стандартного раствора с номинальным содержанием меди 1,00 мг/кг. В каждый контейнер добавляют соответствующее количество керосиновой фракции без запаха для доведения общей массы до 10,00 г. Контейнеры герметично закрывают и хорошо перемешивают содержимое. Таким образом, получают рабочие стандартные растворы с номинальным содержанием меди 20, 40, 60, 80 и 100 мкг/кг соответственно. Вычисляют фактические концентрации по 12.1.2.

10.2 Калибровка

10.2.1 Строят стандартную калибровочную кривую, используя керосиновую фракцию без запаха в качестве холостого опыта и каждый из пяти рабочих стандартных растворов. Прибор измеряет интегральную оптическую плотность А, каждого рабочего стандартного раствора и холостого опыта объемом 10 мкл каждый. Промежуточный исходный стандартный раствор и рабочие стандартные растворы готовят ежедневно.

²⁾ Химические реактивы, спецификации Американского химического общества, American Chemical Society, Washington, DC. Рекомендации по проверке реактивов, не включенных в перечень Американского химического общества приведены в Analar Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., и United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

10.2.2 Строят калибровочную кривую, откладывая по оси у значения скорректированной интегральной оптической плотности в зависимости от концентрации меди в рабочих стандартных растворах, мкг/кг (по оси х). Вычисление скорректированной интегральной оптической плотности приведено в 12.2.1. На рисунке 1 приведена типичная калибровочная кривая для атомно-абсорбционной спектроскопии. Многие атомно-абсорбционные спектрометры строят калибровочную кривую автоматически или с помощью компьютерного программного обеспечения. Используя имеющиеся средства, строят наиболее точный график.

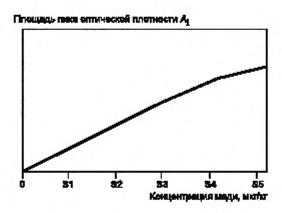


Рисунок 1 — Типичная калибровочная кривая зависимости интегральной оптической плотности A₁ от концентовции меди

11 Проведение испытаний

- 11.1 Устанавливают спектрометр на длину волны 324,8 нм и ширину щели обычно 0,7 нм. Настраивают лампу с полым катодом и блок печи для получения максимального коэффициента пропускания.
- 11.2 Регулируют новую (или повторно установленную) графитовую трубку и платформу Львова по температурной программе, предоставленной изготовителем спектрометра, пока пики на базовой линии не исчезнут.
- 11.3 Калибруют температурный контроллер графитовой печи при температуре 2300 °C согласно инструкции изготовителя спектрометра.
- 11.4 Если с графитовой печью используют автоматический пробоотборник (автосамплер), то в качестве промывочного раствора используют керосиновую фракцию без запаха. Используют крышки автоматического пробоотборника, изготовленные только из полиэтилена, полипропилена или фторопласта. Не используют крышки из полистирола, поскольку они разрушаются при воздействии органических растворителей и протекают.
- 11.5 Калибруют прибор, последовательно вводя пипеткой на платформу графитовой трубки по 10 мкл керосиновой фракции без запаха в качестве холостого опыта и каждого стандартного раствора. Затем вводят пипеткой 10 мкл каждого образца в печь и проводят испытания по программе печи. Проводят испытания каждого холостого раствора, стандартного раствора и образца по программе печи, приведенной в таблице 1. Для определения концентрации меди в каждом образце интегральную оптическую плотность каждого образца сравнивают со скорректированной калибровочной кривой, полученной с использованием холостого и стандартных растворов. Проводят два испытания для каждого образца.

Примечани и в 1 — В печь можно вводить другие объемы аликвоты, кроме 10 мкл. Можно использовать объемы от 5 до 40 мкл, пока используемый объем согласуется с холостым опытом, стандартными растворами и образцами. В этом случае может потребоваться регулировка температуры сушки, пиролиза, времени вывода в рабочий режим или времени выдерживания или их комбинации.

Таблица 1 — Типичные эксплуатационные параметры графито	вой печи
---	----------

	Стадия											
Параметр	Сушка 143	Сушка 2 ^а)	Пиролиз ^{b)}	Атомизация ^с	Очистка	Охпаждение						
Температура, °С	100	150	800	2300	2600	20						
Время вывода в рабочий режим, с	10	10	15	0	1	1						
Время выдерживания, с	15	20	35	5	5	10						
Поток газа, см ³ /мин	300	300	300	0	300	300						
Считывание	-	_	-	ON (включено)	-	_						

а) Температура сушки, вывода в рабочий режим и время выдерживания должны быть оптимизированы таким образом, чтобы образец полностью высыхал без кипения и разбрызгивания.

12 Вычисления

12.1 Концентрация стандартных растворов

12.1.1 Концентрацию меди с_і в промежуточном исходном стандартном растворе с номинальным содержанием меди 1 мг/кг вычисляют по формуле

$$c_i = c_s m_s / m_t$$
, (2)

- где c_s концентрация меди в сертифицированном (с номинальным содержанием меди 100 мг/кг) стандартном образце металлоорганического соединения, мг/кг;
 - $m_{\rm s}$ измеренная масса сертифицированного стандартного образца металлорганического соединения, г;
 - $m_{\rm t}$ измеренная масса раствора стандартного образца металлорганического соединения в керосиновой фракции, г.
- 12.1.2 Концентрацию меди в рабочих стандартных растворах с_w, мкг/кг (с номинальным содержанием меди 20, 40, 60, 80 и 100 мкг/кг) вычисляют по формуле

$$c_w = 1000c_i m_i / m_t$$
, (3)

- где c_i концентрация меди (с номинальным содержанием 1 мг/кг) в промежуточном исходном стандартном растворе, мг/кг;
 - m; измеренная масса промежуточного исходного стандартного раствора, г;
 - $m_{\rm f}$ измеренная масса раствора промежуточного исходного стандартного раствора в керосиновой фракции, г.

12.2 Корректировка стандартной калибровочной кривой и определение меди в топливе

12.2.1 Корректируют стандартную калибровочную кривую на содержание меди, присутствующей в керосиновой фракции в холостом опыте и используемой для приготовления растворов, вычитанием интегральной оптической плотности A_Q холостого опыта с керосиновой фракцией из интегральной оптической плотности каждого рабочего стандартного раствора A_W

Скорректированная интегральная оптическая плотность =
$$A_{w} - A_{n}$$
. (4)

^{b)} Время вывода в рабочий режим для стадии пиролиза можно увеличить, если из матрицы образца очень быстро выделяется избыточное количество дыма при нагревании печи от стадии «Сушка 2» до стадии «Пиролиз». Весь дым должен выделиться не менее чем за 5 с до конца стадии пиролиза. Если дым все еще выделяется в конце стадии пиролиза, то следует увеличить время вывода в рабочий режим.

с) Кривая зависимости оптической плотности спектрометра в конце времени выдерживания на стадии атомизации должна вернуться к начальной оптической плотности базовой линии. Если этого не наблюдают, увеличивают время выдерживания на стадии атомизации до достижения этого условия.

FOCT 34241-2017

12.2.2 Строят график зависимости значения скорректированной интегральной оптической плотности рабочих стандартных растворов от концентрации меди и получают скорректированную стандартную калибровочную кривую. Концентрацию меди в образце топлива определяют по значению его интегральной оптической плотности, используя скорректированную стандартную калибровочную кривую.

13 Запись результатов

13.1 Записывают среднеарифметическое значение результатов двух испытаний, округленное до 1 мкг/кг.

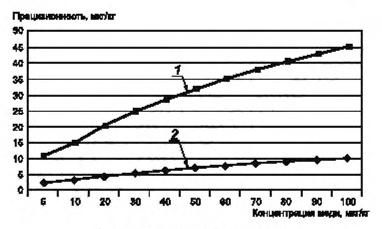
14 Контроль качества

- 14.1 Анализируя образец контроля качества QC, подтверждают правильность работы прибора или выполнения процедуры испытания (см. 8.6). Рисунок 2 иллюстрирует проблему переноса следовых количеств меди к стенкам контейнера для образца при температуре окружающей среды в результате чего со временем происходит обеднение образцов QC медьсодержащими металлорганическими соединениями. Хранение образцов QC в охлажденном состоянии при температуре не выше 5 °C сводит к минимуму миграцию следовых количеств меди.
- 14.1.1 Если протоколы контроля качества/обеспечения качества QC/QA для процедуры испытаний уже установлены, их можно применять для подтверждения надежности результатов испытания.
- 14.1.2 При отсутствии протокола контроля качества/обеспечения качества QC/QA, установленного для процедуры испытаний, в качестве системы QC/QA можно использовать приложение X1.



7 — хранение при температуре 5 °C; 2 — хранение при температуре 25 °C (среднеарифметическое значение для трех бутылок)

Рисунок 2 — Содержание следовых количеств меди в керосине в зависимости от времени хранения в тефлоновых бутылках



f — воспроизводимость; 2 — повторяемость

Рисунок 3 — Прецизионность определения меди в топливах для реактивных двигателей методом атомно-абсорбционной спектрометрии в графитовой печи

15 Прецизионность и смещение³⁾

15.1 Прецизионность метода, приведенная на рисунке 3, получена статистическим исследованием результатов межлабораторных исследований.

15.1.1 Повторяемость r

Расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать следующие значения только в одном случае из 20

$$r = (X + 1)^{0.5}$$
, (5)

где X — среднеарифметическое значение двух результатов, мкг/кг.

15.1.2 Воспроизводимость R

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени, может превышать следующие значения только в одном случае из 20

$$R = 4.5 (X + 1)^{0.5}$$
, (6)

где X — среднеарифметическое значение двух результатов, мкг/кг.

15.2 Смещение

Смещение не определено, поскольку отсутствует принятый эталонный материал.

³⁾ Подтверждающие данные можно получить при запросе исследовательского отчета ASTM RR:D02-1512.

Приложение X1 (рекомендуемое)

Контроль качества

- X1.1 Рабочие характеристики прибора или правильность выполнения процедуры испытаний подтверждают анализом образца контроля качества QC.
- X1.2 Перед контролем процесса измерения пользователь метода должен определить среднеарифметическое значение и контрольные пределы образца QC (см. ASTM D 6299 и ASTM MNL 7⁴)).
- X1.3 Для установления статуса статистического контроля всего процесса испытания регистрируют результаты образца QC и анализируют их с помощью контрольных карт или другой статистически равноценной процедуры (см. ASTM D 6299 и ASTM MNL 7). Должны быть исследованы причины появления любых выпадающих данных. Результаты исследования могут, но необязательно указывать на необходимость повторной калибровки прибора.
- X1.4 При отсутствии конкретных требований, приведенных в стандарте на метод испытаний, частота испытаний образца QC зависит от значимости проводимого измерения, стабильности процесса испытания и требований потребителя. Обычно контрольный образец QC анализируют каждый день перед испытанием образцов. Частоту испытаний образца QC следует увеличить, если ежедневно анализируют большое количество образцов. Если установлено, что испытания находятся под статистическим контролем, частоту испытания образца QC можно уменьшить. Для обеспечения качества результатов испытаний прецизионность результатов для образца QC должна соответствовать прецизионности настоящего метода.
- X1.5 Рекомендуется, по возможности, чтобы образец QC был представительным по отношению к обычно анализируемым образцам. На период проведения испытаний должно быть обеспечено достаточное количество образца QC однородного и стабильного в предполагаемых условиях хранения. Подробное руководство по методам контроля качества и применению контрольных карт приведено в ASTM D 6299 и ASTM MNL 7.

⁴⁾ Руководство по представлению результатов анализа в виде контрольных карт и их применению, 6-е изд. ASTM International, W. Conshohocken, PA.

Приложение ДА (справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Стелень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 4057	NEQ	ГОСТ 31873—2012 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
ASTM D 4306	-	•
ASTM D 6299	-	•

^{*} Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Официальный перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

⁻ NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 665.753.2:006.354

MKC 75.160.20

IDT

Ключевые слова: реактивные топлива, определение меди, метод атомно-абсорбционной спектрометрии с графитовой печью

БЗ 9-2017/130

Редактор Л.С. Зимолова
Технический редактор И.Е. Черепхова
Корректор М.С. Кабашова
Компьютерная верстка А.Н. Золотаревой

Сдано в набор 04.10.2017. Подписано в печать 24.10.2017. Формат 60×84 ½ Гарнитура Ариап. Усл. печ. л. 1,86. Уч. изд. л. 1,68. Тираж 26 экз. Зак. 2079. Подготовлено на основе электромной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП кСТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4. www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

34241-201