|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**  **(ЕАСС)**  **EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION**  **(EASC)** | | |
| Описание: Picture in Документ1 | **М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й**  **С Т А Н Д А Р Т** | **ГОСТ**  **10364—**  **202**  *(Проект RU, первая редакция)* |

**нефть и нефтепродукты**

**Метод определения ванадия**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

**Минск**

**Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации**

**202**

**Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов   
по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств.   
В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

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

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российское энергетическое агентство» Министерства энергетики Российской Федерации (ФГБУ «РЭА» Минэнерго России), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы» (МТК 031)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию   
и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии   
и сертификации (протокол от № ноября 2013 г .)

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 |
| Азербайджан | AZ | Азстандарт |
| Армения | AM | ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Грузия | GE | Грузстандарт |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Институт стандартизации Молдовы |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Туркмения | TM | Главгосслужба «Туркменстандартлары» |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |
| Украина | UA | Минэкономразвития Украины |

4 ВЗАМЕН ГОСТ 10364—90

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным органам по стандартизации этих государств

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

|  |
| --- |
| **НЕФТЬ И НЕФТЕПРОДУКТЫ**  **Метод определения ванадия**  Petroleum and petroleum products. Method for determination of vanadium |

**Дата введения – 207 – –**

**1 Область применения**

1.1 Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения содержания ванадия от 2 мг/кг в нефти и нефтепродуктах.

1.2 Настоящий стандарт не распространяется на отработанные масла   
и нефтепродукты с золообразующими присадками.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9336 Реактивы. Аммоний ванадиево-кислый мета. Технические условия

ГОСТ 18289 Реактивы. Натрий вольфрамовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31873 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ ISO 3170 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

**3 Сущность метода**

Сущность метода заключается в обработке испытуемого образца нефти   
или нефтепродукта концентрированной серной кислотой или элементарной серой   
и азотной кислотой, или сжигании образца с последующей кислотной обработкой полученной золы и фотометрировании раствора комплекса фосфоровольфрамовокислого ванадия на длине волны 436 нм.

**4 Аппаратура, средства измерения и посуда**

4.1 Спектрофотометр или фотоколориметр, оснащенный:

- фильтром, обеспечивающим полосу пропускания 10 – 20 нм при длине волны 436 нм;

-  измерительными кюветами с толщиной слоя 1; 2 или 5 см.

4.2 Печь или термостат, обеспечивающие нагрев до температуры (525 ± 25) °С или при озолении пробы – до температуры (825 ± 25) °С.

4.3 Плитка электрическая закрытая с терморегулятором.

4.4 Весы специального класса (I) точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления, не превышающей 0,0001 г.

4.5 Чашки для выпаривания из термостойкого и химически стойкого стекла   
или платиновые чашки диаметром от 80 до 100 мм вместимостью от 50 до 400 см3.

4.6 Палочка стеклянная.

4.7 Стаканы вместимостью 50,150, 250 и 400 см3 по ГОСТ 25336.

4.8 Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100, 500 и 1000 см3 по ГОСТ 1770.

4.9 Стаканы фарфоровые по ГOСT 9147.

4.10 Пипетки вместимостью 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 25,0 см3 по ГОСТ 29227.

4.11 Лампа инфракрасная или другие нагревательные устройства, позволяющие выпаривать пробу без разбрызгивания.

4.12 Горелка газовая.

4.13 Капельница по ГОСТ 25336.

4.14 Воронка стеклянная диаметром от 55 до 60 мм по ГОСТ 25336.

4.15 Промывалка.

4.16 Бумага индикаторная.

4.17 Бумага фильтровальная с содержанием золы не более 0,015 % или обеззоленный фильтр.

**5 Реактивы и материалы**

5.1 Вода дистиллированная и бидистиллированная, рН от 5,4 до 6,6.

5.2 Кислота азотная, концентрированная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:9.

5.3 Кислота ортофосфорная 85 %-ная по ГОСТ 6552 и разбавленная 1:2.

5.4 Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1,   
2 моль/дм3.

5.5 Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

5.6 Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289, раствор 185 г/дм3.

5.7 Сера элементарная с содержанием золы не более 10 мг/кг.

5.8 Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

5.9 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы 0,5 и 2,0 моль/дм3.

5.10 Изопропанол, х. ч. или ч. д. а.

5.11 Ванадия пятиокись, х. ч.

5.12 Аммоний метаванадиево-кислый по ГОСТ 9336, х. ч.

5.13 Ксилол, х. ч. или ч. д. а.

5.14 1,4-толуолсульфокислота, х. ч. или ч. д. а.

5.15 Фенолфталеин, 1 %-ный раствор в этиловом спирте.

**6 Отбор проб**

Отбор проб – по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873, или ГОСТ ISO 3170.

**7 Подготовка к проведению испытания**

**7.1 Приготовление раствора серной кислоты *c*(H2SO4) = 2 моль/дм3**

Наливают 70 см3 дистиллированной воды в фарфоровый стакан вместимостью 150 см3 и осторожно, по каплям, при постоянном перемешивании добавляют 11 см3 концентрированной серной кислоты. Охлаждают раствор, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3 и доводят до метки дистиллированной водой.

**7.3 Приготовление раствора вольфрамовокислого натрия 185 г/дм3**

Растворяют 18,5 г двухводного вольфрамовокислого натрия (Na2WO4·2H2O)   
в горячей дистиллированной воде в стакане вместимостью 50 см3, охлаждают   
до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3 и доводят до метки дистиллированной водой.

**7.4 Приготовление гидроокиси натрия концентрацией *c* (NaOH) = 0,5 моль/дм3**

Помещают 20,0 г гидроокиси натрия в стакан вместимостью 100 см3, осторожно растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см3 и доводят до метки дистиллированной водой.

**7.5 Приготовление гидроокиси натрия концентрацией *c* (NaOH) = 2 моль/дм3**

Помещают 8 г гидроокиси натрия в стакан вместимостью 50 см3, осторожно растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3 и доводят до метки дистиллированной водой.

**7.6 Приготовление эталонного раствора ванадия 1000 мг/кг** (1 см3 раствора содержит 1 мг ванадия)

Растворяют 0,5740 г метаванадиево-кислого аммония в 40 см3 разбавленной азотной кислоты в стакане вместимостью 100 см3, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3 и доводят до метки дистиллированной водой.

**7.7 Приготовление эталонного раствора ванадия 50 мг/кг** (1 см3 раствора содержит 0,05 мг ванадия)

Отбирают пипеткой 5 см3 эталонного раствора ванадия 1000 мг/кг, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3 и доводят до метки дистиллированной водой.

**7.8 Приготовление эталонного раствора ванадия из пятиокиси   
ванадия (V2O5)**

**7.8.1 Приготовление эталонного раствора ванадия 100 мг/кг** (1 см3 раствора содержит 0,1 мг ванадия)

7.8.1.1 Помещают 0,1785 г пятиокиси ванадия, предварительно прокаленного в платиновой чашке при температуре от 500 ºС до 550 ºС в течение 2 ч, в стакан вместимостью 50 см3. Добавляют в стакан 1,5 см3 2 моль/дм3 раствора гидроокиси натрия и нейтрализуют по каплям 2 моль/дм3 раствором серной кислоты (приблизительно 0,2 см3) в присутствии лакмусовой бумаги до рН от 6 до 7, добавляют небольшой избыток (приблизительно одна капля).

7.8.1.2 Затем добавляют в стакан 10 см3 дистиллированной воды, переносят раствор количественно в мерную колбу вместимостью 1000 см3 и доводят до метки дистиллированной водой.

**7.8.2 Приготовление раствора ванадия 50 мг/кг** (1 см3 раствора содержит 0,05 мг ванадия)

Отбирают пипеткой 25 см3 эталонного раствора ванадия 100 мг/кг, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см3 и доводят до метки дистиллированной водой.

**7.9 Построение градуировочного графика**

7.9.1 В пять стаканов вместимостью 100 см3 каждый отмеряют пипеткой 0; 5,0; 10,0; 20,0 и 25,0 см3 раствора ванадия концентрации 50 мг/кг (1 см3 = 0,05 мг ванадия).

7.9.1.1 Добавляют к каждой аликвотной части 2 см3 серной кислоты 1:1, 5 см3 разбавленной ортофосфорной кислоты и 2,5 см3 вольфрамовокислого натрия, тщательно перемешивают раствор после добавления каждого реактива.

7.9.1.2 Нагревают растворы до температуры от 40 °С до 70 °С, охлаждают   
до комнатной температуры, количественно переносят в мерные колбы вместимостью 50 см3, доводят до метки дистиллированной водой и выдерживают   
в течение 60 мин. Полученные растворы содержат 0; 0,25; 0,50; 1,0; 1,25 мг ванадия   
в 50 см3 раствора.

Примечание – Растворы должны быть прозрачными.

7.9.2 Раствор, приготовленный по 7.9.1, 7.9.1.1, 7.9.1.2, не содержащий ванадия, используют в качестве контрольного раствора.

7.9.3 Измеряют оптическую плотность рабочего раствора на спектрофотометре при длине волны 436 нм либо на фотоэлектроколориметре со светофильтром, обеспечивающем полосу пропускания от 430 до 450 нм.

7.9.3.1 Выбирают толщину кюветы (1, 2 или 5 см) в зависимости от содержания ванадия в испытуемом продукте.

7.9.3.2 Помещают контрольный раствор в кювету сравнения.

7.9.3.3 Кювету толщиной 5 см используют при концентрации ванадия до 10 мг/кг (при этом для построения градуировочного графика отмеряют пипеткой 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см3 раствора ванадия 50 мг/кг). При концентрации ванадия более 10 мг/кг используют кюветы толщиной 1 или 2 см.

7.9.4 Для построения градуировочного графика по оси ординат откладывают оптическую плотность раствора, а по оси абсцисс – содержание ванадия (мг в 50 см3 раствора).

**8 Проведение испытания**

**8.1 Обработка образца концентрированной серной кислотой**

8.1.1 Для достижения однородности нагревают образец перед испытанием   
до температуры от 20 °С до 100 °С в зависимости от вязкости. Высоковязкие нефтепродукты нагревают от 3 до 10 мин при непрерывном перемешивании.

8.1.2 Масса образца нефтепродукта зависит от предполагаемого содержания ванадия, толщины слоя раствора в измерительной кювете и конечной концентрации (разбавления) образца.

Массу образца *m*, г, вычисляют по формуле

|  |  |
| --- | --- |
| *m* =  *,* | (1) |

где *К*– коэффициент для расчета массы образца (см. таблицу 1);

*c*– предполагаемая концентрация ванадия, мг/кг.

Таблица 1 – Зависимость коэффициента для расчета массы образца от толщины кюветы и вместимости колбы

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Толщина кюветы, см | Вместимость колбы для разбавления образца, см3 | Коэффициент *К* для расчета массы образца |
| 1 | 50 | 500 |
| 1 | 25 | 250 |
| 2 | 50 | 250 |
| 2 | 25 | 125 |
| 5 | 50 | 100 |
| 5 | 25 | 50 |

8.1.3 Размещают испытуемый образец в чашке для выпаривания под лампу инфракрасного излучения или другое нагревательное устройство. Выпаривают приблизительно до 50 % первоначального объема, избегая разбрызгивания.

8.1.4 Добавляют к частично выпаренному образцу приблизительно равный объем концентрированной серной кислоты (приблизительно в соотношении между количеством кислоты и образцом 1 см3 на 1 г).

Примечание – Подготовленный таким образом образец выдерживают несколько часов для лучшего воздействия с серной кислотой и предотвращения разбрызгивания раствора в процессе нагревания на электрической плитке.

8.1.5 Добавляют 1 cм3 изопропанола для предотвращения или уменьшения пенообразования. Размещают чашку с образцом на электрическую плитку.

8.1.6 Нагревают образец на электрической плитке при постоянном помешивании стеклянной палочкой до начала загустения и появления белого дыма. Электрическую плитку заменяют горелкой. При постоянном перемешивании разложение пробы ведут до исчезновения белого дыма и получения обуглившегося осадка.

8.1.7 Очищают стеклянную палочку фильтровальной бумагой. Бумагу кладут  
в чашку для выпаривания, в которой обугливался образец.

**8.2 Обработка образца серой**

8.2.1 Добавляют к подготовленному по 8.1.1–8.1.3 образцу серу в количестве   
10 % массы образца, тщательно перемешивают и проводят испытание по 8.1.5–8.1.7.

8.3 Переносят остаток, полученный после обработки серой или серной кислотой, в печь или термостат, нагретые до температуры не ниже 120 °С, доводят температуру до (525 ± 25) °С в течение интервала времени от 2 до 3 ч.

Примечание – Для облегчения озоления осадка в печь подается поток воздуха или кислорода.

8.3.1 Добавляют к полученной сульфатной золе 2 см3 концентрированной азотной кислоты, 2 см3 концентрированной серной кислоты и подогревают   
на электрической плитке до появления белого дыма.

8.3.2 Снимают чашку с электрической плитки и тщательно обмывают стенки чашки 15 см3 дистиллированной воды. Снова нагревают на электрической плитке до появления белого дыма и охлаждают. Добавляют раствор гидроокиси натрия *c*(NAOH) = 0,5 моль/дм3 в присутствии индикаторной бумаги до достижения рН от 6 до 10. Затем добавляют по каплям разбавленную серную кислоту 1:1 до достижения рН от 3 до 5.

8.3.3 Переносят количественно полученный раствор в мерную колбу вместимостью 50 см3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Примечание – Если полученный раствор мутный, его фильтруют до осветления через стеклянную воронку с бумажным фильтром.

**8.4 Сжигание образца**

8.4.1 Сжигают образец при анализе тяжелых дистиллятных и остаточных топлив.

8.4.2 Помещают в платиновую чашку обеззоленный фильтр таким образом, чтобы он плотно прилегал ко дну и стенкам чашки. Взвешивают чашку с фильтром.

8.4.3 Выбирают массу испытуемого нефтепродукта в зависимости от предполагаемой концентрации ванадия в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 – Зависимость массы образца для проведения испытания от предполагаемой концентрации ванадия

|  |  |
| --- | --- |
| Концентрация ванадия, мг/кг | Масса образца, г |
| До 10 | От 25 до 50 |
| Св. 10 | От 15 до 30 |

8.4.4 Складывают вдвое второй обеззоленный фильтр и сворачивают в форме конуса. Отрезают ножницами верхнюю часть конуса на расстоянии от 5 до 10 мм от верха и помещают в чашку. Опускают свернутый в форме конуса фильтр в чашку с нефтепродуктом основанием вниз таким образом, чтобы он стоял устойчиво, закрывая большую часть нефтепродукта.

8.4.5 Нагревают чашку с испытуемым образцом на электрической плитке в течение интервала времени от 20 до 30 мин до прекращения легкого вспенивания и пропитки фильтра нефтепродуктом. После того как фильтр пропитается нефтепродуктом, его поджигают. Сжигают образец до получения сухого углистого остатка.

8.4.6 Помещают чашку с сухим углистым остатком в печь или термостат, нагретые до температуры не ниже 200 °С, в течение интервала времени от 2 до 3 ч повышают температуру до (550 ± 20) °С и выдерживают чашку с остатком при этой температуре до полного озоления (1 ч и более). Охлаждают чашку до комнатной температуры. Добавляют 5 см3 разбавленной соляной кислоты и подогревают содержимое до растворения золы. Упаривают полученный раствор до объема   
от 2 до 3 см3 и добавляют к нему 0,5 г безводного углекислого натрия. Упаривают полученный раствор до исчезновения визуально определяемой влаги. Затем помещают чашку на 2 – 3 мин в печь или термостат, нагретые до температуры   
(800 ± 20) °С.

8.4.7 Охлаждают сплав в чашке до комнатной температуры, затем добавляют 10 см3 дистиллированной воды. Полученный раствор фильтруют два раза через один и тот же фильтр в мерную колбу вместимостью 50 см3. Промывают фильтр с осадком небольшими порциями дистиллированной воды до получения нейтральной реакции по фенолфталеину, присоединяют промывные воды к фильтрату в мерной колбе и доводят до метки дистиллированной водой.

**8.5 Сжигание образца с добавлением серы и растворителей**

8.5.1 Нагревают образец для достижения однородности, как описано в 8.1.1.

8.5.2 Выбирают массу образца в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3 – Зависимость массы образца для проведения испытания от предполагаемой концентрации ванадия

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Концентрация ванадия, мг/кг | Масса образца, г | Количество добавок | | |
| Сера, г | Ксилол, см3 | Изопропанол, дм3 |
| До 10 | От 30 до 50 | 0,1 – 0,2 | 8 | 3 |
| Св. 10 до 200 | От 15 до 30 | – | 4 | 1,5 |
| Примечание – Допускается вместо добавок использовать от 2 до 7 г 1,4-толуолсульфокислоты. | | | | |

8.5.3 Помещают образец с добавками в платиновую чашку. Устанавливают чашку на треножник с керамическим треугольником и осторожно, избегая соприкосновения платиновой чашки с установившимся пламенем (синий конус), нагревают до самовозгорания образца. Затем удаляют горелку и дают образцу сгореть. После исчезновения пламени чашку вновь осторожно нагревают до исчезновения тумана двуокиси серы (SO3) и полного коксования образца.

Примечание – Все операции проводят в вытяжном шкафу.

8.5.4 Помещают чашку с коксовым остатком в нагретую до температуры   
(550 ± 25) °С печь или термостат и выдерживают до полного озоления от одного до нескольких часов в зависимости от испытуемого продукта. После окончания озоления вынимают чашку из печи и охлаждают до комнатной температуры.

8.5.5 Затем добавляют 2 см3 концентрированной серной кислоты и осторожно нагревают на плитке (или горелкой) до полного растворения золы и исчезновения паров двуокиси серы. Охлаждают чашку до комнатной температуры.

8.5.6 Ополаскивают стенки чашки бидистиллированной водой. Полученный раствор нагревают до появления белого дыма и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см3. Затем охлаждают раствор до комнатной температуры и доводят до метки бидистиллированной водой.

**8.6 Фотометрирование**

8.6.1 Помещают аликвоту раствора, полученного или по 8.3.3, или по 8.4.7, или по 8.5.6, в зависимости от ожидаемого содержания ванадия в стакан вместимостью 100 см3 (при концентрации ванадия до 50 мг/кг следует отбирают 40 см3 раствора), добавляют 2 см3 разбавленной серной кислоты 1:1, 5 см3 разбавленной ортофосфорной кислоты и 2,5 см3 раствора вольфрамовокислого натрия. Перемешивают раствор встряхиванием после каждого добавления реактива. Нагревают раствор до температуры от 40 °С до 70 °С, охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см3, доводят до метки дистиллированной водой и отстаивают в течение 1 ч. Раствор должен быть прозрачным.

8.6.2 Для приготовления контрольного раствора в колбу вместимостью 50 см3 помещают 2 см3 разбавленной серной кислоты 1:1, 5 см3 разбавленной ортофосфорной кислоты и 2,5 см3 раствора вольфрамовокислого натрия. Хорошо перемешивают встряхиванием и доводят до метки дистиллированной водой.

8.6.3 Помещают в кювету рабочий раствор, приготовленный по 8.6.1. Измеряют оптическую плотность по 7.9.3 относительно контрольного раствора (8.6.2).

8.6.4 Массу ванадия в миллиграммах, содержащуюся в 50 см3 испытуемого раствора, определяют по градуировочному графику.

**9 Обработка результатов испытания**

9.1 Концентрацию ванадия *c*, мг/кг, вычисляют по формуле

|  |  |
| --- | --- |
| *с* = , | (2) |

где *m*1– масса ванадия в испытуемом растворе, определенная по градуировочному графику, мг;

50 – общий объем раствора, подготовленного для фотометрирования, см3;

*m*– масса образца, г;

*V* – аликвота раствора, используемая для фотометрирования, см3.

9.2 Массовую долю ванадия *X,* %*,* вычисляют по формуле

|  |  |
| --- | --- |
| *X* = | (3) |

9.3 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений.

**10 Отчет об испытании**

Отчет об испытании должен содержать:

- обозначение настоящего стандарта;

- наименование, тип и марку (при наличии) испытуемого продукта;

- дату проведения испытания;

- идентификацию образца;

- результат испытания;

- информацию о любых отклонениях от процедуры проведения испытания.

**11 Прецизионность**

**11.1 Повторяемость**

Расхождение между результатами двух определений, полученными одним   
и тем же оператором на одной и той же аппаратуре в постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, указанные в таблице 4, не более, чем в одном случае из 20.

Таблица 4 – Прецизионность

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Концентрация ванадия, мг/кг | Повторяемость | Воспроизводимость, % |
| До 2 | 0,3 мг/кг | – |
| Св. 2 | 10 % | – |
| До 6 | – | 50 |
| Св. 6 | – | 17 |

**11.2 Воспроизводимость**

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами,   
полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях,   
на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, указанные в таблице 4, не более, чем в одном случае из 20.

|  |
| --- |
| УДК 665.6:543.5:006.354 МКС 75.080 Ключевые слова: нефть, нефтепродукты, метод определения ванадия |

|  |  |
| --- | --- |
| Заместитель председателя МТК 031 | В.П. Коваленко |
| Ответственный секретарь МТК 031 | Л.О. Перегородиева |