
Tekoči naftni proizvodi - Ugotavljanje prisotnosti in določevanje markirnega indikatorja v kurilnem olju EL (ekstra lahkem) in petroleju

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

SIST 1020:2002
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7496cfef-a04e-4846-bc9-f6f8ac0e1cb8/sist-1020-2002>

Deskriptorji: naftni proizvodi, preskusna metoda, kurilno olje EL (ekstra lahko), petrol, markirni indikator

ICS 75.160.20

Referenčna številka
SIST 1020:2002 (sl)

Nadaljevanje na straneh od 2 do 8

NACIONALNI UVOD

V Sloveniji se za zakonsko predpisano označevanje kurielnega olja EL (ekstra lahkega) in petroleja za ogrevanje uporablja sredstvo za označevanje - rdeče barve za kurielno olje EL (ekstra lahko) in zelene barve za petrolej, ki vsebuje markirni indikator N-ethyl-N-[2-(1-isobutoxyethoxy)ethyl]azo-benzene-4-amin. V tem standardu sta navedeni preskusni metodi za ugotavljanje prisotnosti (kvalitativno) in količine (kvantitativno) tega markirnega indikatorja v omenjenih gorivih ter tudi v dizelskem gorivu in v njegovih mešanicah s kurišnim oljem EL (ekstra lahkim).

NACIONALNI PREDGOVOR

Slovenski standard SIST 1020:2002 (sl), Tekoči naftni proizvodi – Določanje prisotnosti in količine markirnega indikatorja v kurilnem olju EL (ekstra lahkem) in petroleju, je pripravil tehnični odbor SIST/TC NAD Naftni derivati.

Ta slovenski standard je dne 2002-03-14 odobrila direktorica SIST.

ZVEZA S STANDARDOM

SIST 1011:2000 Tekoči naftni proizvodi - Kurilno olje EL (ekstra lahko) - Zahteve in preskusne metode

OPOMBA

- Nacionalni uvod in nacionalni predgovor nista sestavni del standarda.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

SIST 1020:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7496cfef-a04e-4846-bcf9-f6f8ac0e1cb8/sist-1020-2002>

VSEBINA	Stran
1 Namen in področje uporabe	4
2 Zveza z drugimi standardi	4
3 Kratek opis preskusnih metod	5
4 Reagenti in materiali	5
5 Aparature in pribor	5
6 Vzorčenje	5
7 Vizualna metoda	6
8 Spektrofotometrijska metoda	6
9 Podajanje rezultatov	7
10 Natančnost	8

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

SIST 1020:2002
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7496cfef-a04e-4846-bc9f-f6f8ac0e1cb8/sist-1020-2002>

Tekoči naftni proizvodi – Ugotavljanje prisotnosti in določevanje markirnega indikatorja v kuriльнem olju EL (ekstra lakkem) in petroleju

1 Namen in področje uporabe

Standard SIST 1020 določa preskusni metodi za ugotavljanje prisotnosti in določevanje markirnega indikatorja N-ethyl-N-[2-(1-isobutoxyethoxy)ethyl]azo-benzene-4-amin v kuriльнem olju EL (ekstra lakkem), dizelskem gorivu in v njunih mešanicah ter v petroleju za ogrevanje v območju od 0,5 do 10,0 mg/l.

Za ugotavljanje prisotnosti markirnega indikatorja (kvalitativno) se uporablja vizualna metoda - A. Ta metoda je primerna tudi za kontrolo na terenu.

Za določevanje markirnega indikatorja (kvantitativno) v kuriльнem olju EL (ekstra lakkem) in tudi v dizelskem gorivu in v mešanicah obeh goriv ter v petroleju za ogrevanje se uporablja spektrofotometrijska metoda - B.

OPOZORILO: Pri preskušanju na podlagi tega standarda lahko naletimo na nevarne snovi, postopke in opremo. Morebitne nevarnosti in ustrezni varnostni ukrepi v standardu niso posebej navedeni. Uporabnik tega standarda je odgovoren, da pred preskušanjem zagotovi ustrezne varnostne ukrepe v skladu z varnostnimi predpisi in upošteva morebitne zakonodajne omejitve.

2 Zveza z drugimi standardi

Ta standard vključuje določila iz drugih standardov, ki so navedeni na ustreznih mestih v besedilu, v nadaljevanju pa so našteti. Uporablja se njihova najnovejša izdaja.

STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)	
SIST ISO 648	Laboratorijska steklovina - Pipete z eno oznako Laboratory glassware - One-mark pipettes SIST 1020:2002
SIST ISO 835-1	Laboratorijska steklovina - Graduirane pipete - 1. del: Splošne zahteve Laboratory glassware - Graduated pipettes - Part 1: General requierements
SIST ISO 1042	Laboratorijska steklovina - Volumetrijske steklenice z eno oznako Laboratory glassware - One-mark volumetric flasks
SIST EN ISO 3696	Voda za analitsko laboratorijsko uporabo - Specifikacija in preskusne metode Water for analytical laboratory use - Specification and test methods
SIST EN ISO 3170	Naftni proizvodi - Ročno vzorčenje Petroleum products - Manual sampling
SIST EN ISO 3171	Naftni proizvodi - Avtomatično vzorčenje iz cevovodov Petroleum products - Automatic pipeline sampling
SIST EN ISO 4259	Naftni proizvodi – Določanje in uporaba stopenj natančnosti pri preskusnih metodah Petroleum products – Determination and application of precision data in relation to methods of test

3 Kratek opis preskusnih metod

3.1 Vizualna metoda - A

Ustrezna količina vzorca se odmeri v epruveto z vodno raztopino klorovodikove kislino, dobro pretrese in pusti, da se plasti ločita. Če je v vzorcu prisoten markirni indikator, se spodnja plast obarva rdeče.

3.2 Spektrofotometrijska metoda - B

Mešanica vzorca in klorovodikove kislino se stresa v liju ločniku in pusti, da se plasti ločita. Intenziteta obarvanja spodnje plasti se meri spektrofotometrijsko pri valovni dolžini 520 nm glede na referenčno raztopino klorovodikove kislino. Količina markirnega indikatorja v vzorcu se določi iz grafa ali enačbe umeritvene premice, pripravljene na podlagi meritev standardnih raztopin markirnega indikatorja.

4 Reagenti in materiali

Uporabljajo se reagenti čistoče p.a. in voda za laboratorijsko uporabo, razred 3, po SIST EN ISO 3696.

4.1 Klorovodikova kislina, HCl, 12,7 % (m/m)

4.2 Toluen, $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_5$

4.3 N-heptan, C_7H_7 **iTeh STANDARD PREVIEW**

4.4 Standardni markirni indikator: N-ethyl-N-[2-(1-isobutoxyethoxy)ethyl]azo-benzene-4-amin, brez prisotnega topila.

5 Aparature in pribor

SIST 1020:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7496cef-a04e-4846-bc9->

Poleg običajnega laboratorijskega pribora se uporabljajo spodaj naštetei aparature in pribor.

5.1 Epruvete, dolžina 160 – 180 mm, prostornina 16 – 18 ml, z brušenim zamaškom, NS 14/23

5.2 Spektrofotometer, primeren za merjenje absorpcije v območju od 360 nm do 650 nm

5.3 Kivete za spektrofotometer, 1 cm

5.4 Lij ločnik, 100 ml

5.5 Pipete z enojno oznako, SIST ISO 648, razred A

5.6 Merilne pipete, graduirane na 0,05 ml, SIST ISO 835-1

5.7 Merilne bučke, 100 ml, SIST ISO 1042, razred A

5.8 Filtrirni papir, naguban

5.9 Stresalnik

5.10 Centrifuga, centrifugirke

6 Vzorčenje

Vzorči se po postopku, opisanem v SIST EN ISO 3170 ali SIST EN ISO 3171.

7 Vizualna metoda - A

S pipeto se v čisto epruveto odmeri 2 ml klorovodikove kislina (4.1), doda 10 ml vzorca ter zapre z brušenim zamaškom. Vsebina epruvete se dobro pretrese in pusti 1 do 2 minuti, da se plasti ločita. Če se spodnja plast v epruvetiobarva rdeče, je v vzorcu prisoten markirni indikator; če pa se spodnja plast v epruveti ne barva rdeče, markirnega indikatorja ni v vzorcu.

8 Spektrofotometrijska metoda - B

8.1 Referenčna raztopina

Kot referenčna raztopina se uporablja klorovodikova kislina (4.1).

8.2 Priprava umeritvene premice

8.2.1 Osnovna standardna raztopina markirnega indikatorja

V 100-mililitrsko merilno bučko se natehta 250,0 mg standardnega markirnega indikatorja (4.4) in doda toluen do oznake. Vsebina se dobro pretrese. 10,0 ml te raztopine se s pipeto odmeri v 250-mililitrsko merilno bučko in dopolni s toluenom do oznake. Vsebina se dobro pretrese. En (1) ml te osnovne standardne raztopine vsebuje 0,1 mg markirnega indikatorja.

8.2.2 Priprava standardnih raztopin markirnega indikatorja

Količine osnovne standardne raztopine markirnega indikatorja (8.2.1), navedene v preglednici 1, se s pipeto odmerijo v 100-mililitrske merilne bučke.

Tech STANDARD PREVIEW

Preglednica 1: Odmerki osnovne standardne raztopine markirnega indikatorja
(standards.tech.ai)

Osnovna standardna raztopina (ml)	Količina markirnega indikatorja (mg/l)
https://standards.tech.ai/catalog/standards/sist-1020-2002-f68ac0e1cb8/sist-1020-2002	
0,5	0,5
1,0	1,0
2,0	2,0
5,0	5,0
10,0	10,0

Raztopine v merilnih bučkah se dopolnijo z n-heptanom do oznake in pretresejo. V lij ločnik se odmeri 10 ml posamezne standardne raztopine, doda 10 ml klorovodikove kislino ter močno stresa 15 minut, ročno ali s stresalnikom. Ko se plasti ločita, se spodnja plast iz lija ločnika spusti v centrifugirko, to vstavi v centrifugo in centrifugira (približno 3000 vrt/min) 5 minut. Iz centrifugirke se raztopina prenese v kiveto.

8.2.2 Merjenje standardnih raztopin markirnega indikatorja

Ekstinkcija standardnih raztopin se meri s spektrofotometrom pri valovni dolžini 520 nm glede na referenčno raztopino (8.1).

8.2.3 Graf in enačba umeritvene premice

Graf umeritvene premice je podan kot ekstinkcija glede na količino markirnega indikatorja v standardnih raztopinah, izraženo v mg/l.

Koeficienti umeritvene premice so določeni po enačbi (1):

$$E_{520} = k \cdot C_S + n \quad (1)$$

kjer je:

E_{520} ekstinkcije standardnih raztopin markirnega indikatorja pri 520 nm,
 k naklon umeritvene premice,
 C_s količine markirnega indikatorja v standardnih raztopinah, v mg/l,
 n sečišče premice z ordinato.

8.3 Določanje količine markirnega indikatorja v vzorcu

8.3.1 Priprava vzorca

V lij ločnik se odmeri 10 ml prefiltriranega vzorca in doda 10 ml klorovodikove kisline ter močno stresa 15 minut, ročno ali s stresalnikom. Ko se po končanem stresanju plasti ločita, se spodnja plast iz lija ločnika filtrira.

8.3.2 Merjenje vzorca

Ekstinkcija raztopine vzorca se meri s spektrofotometrom pri valovni dolžini 520 nm glede na referenčno raztopino (8.1).

8.3.3 Izračun

Količina markirnega indikatorja v vzorcu se določi iz grafa ali po enačbi umeritvene premice (2):

$$C_v' = 1/k \cdot (E - n) \quad (2)$$

kjer je:

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

C_v' količina markirnega indikatorja v vzorcu, v mg/l,
 E ekstinkcija raztopine vzorca pri 520 nm, [SIST 1020:2002](#)
 k naklon umeritvene premice, <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7496cfef-a04e-4846-bc9-6f8ac0e1cb8/sist-1020-2002>
 n sečišče premice z ordinato.

Količina markirnega indikatorja v vzorcu, izražena v mg/kg, se izračuna po enačbi (3):

$$C_v = (C_v' \cdot 1000) / \rho_{15^\circ C} \quad (3)$$

kjer je:

C_v količina markirnega indikatorja v vzorcu, v mg/kg,
 C_v' količina markirnega indikatorja v vzorcu, v mg/l,
 $\rho_{15^\circ C}$ gostota vzorca pri 15 °C, v kg/m³.

9 Podajanje rezultatov

9.1 Vizualna metoda - A

Rezultat se poda opisno; markirni indikator v vzorcu "je prisoten" ali "ni prisoten".

9.2 Spektrofotometrijska metoda - B

Količina markirnega indikatorja se poda kot srednja vrednost dveh meritev na 0,1 mg/l natančno ali na 0,1 mg/kg natančno, če je izražena v mg/kg.

10 Natančnost

10.1 Splošno

Natančnost, ki je določena s statistično raziskavo rezultatov medlaboratorijskega primerjalnega preskušanja v skladu s standardom SIST EN ISO 4259, je podana v točkah 10.2 in 10.3.

10.2 Ponovljivost

Pri spektrofotometrijski metodi – B je lahko razlika med dvema rezultatoma preskusov, ki ju dobi isti izvajalec z isto opremo pri konstantnih pogojih preskušanja istega preskusnega materiala v daljši seriji preskusov z normalnim in pravilnim izvajanjem preskusne metode, le v enem od dvajsetih primerov večja od 0,5 mg/l.

10.3 Obnovljivost

Pri spektrofotometrijski metodi – B je lahko razlika med dvema posameznima in neodvisnima rezultatoma preskusov, ki ju dobita različna izvajalca v različnih laboratorijih pri preskušanju istega preskusnega materiala v daljši seriji preskusov z normalnim in pravilnim izvajanjem preskusne metode, le v enem od dvajsetih primerov večja od 1,1 mg/l.

11 Poročilo o preskusu

V poročilu o preskusu se za označevanje preskusne metode, npr. za določanje količine markirnega indikatorja v kurilnem olju EL (ekstra lahkem) ali petroleju za ogrevanje po spektrofotometrijski metodi - B, uporablja oznaka:

**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

SIST 1020:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7496cfef-a04e-4846-bc9f-f6f8ac0e1cb8/sist-1020-2002>