Vabariigi Valitsuse määrus
„Erimärgistatud vedelkütuse erimärgistatuse
kindlakstegemise kord”
Lisa 1

ERIMÄRGISTUSAINE *SOLVENT YELLOW 124* TUVASTAMINE GAASIÕLI TÜÜPI VEDELKÜTUSTES

1. Käsitlusala

Käesolev metoodika kirjeldus käsitleb vedelkütuste erimärgistusaine *Solvent Yellow 124* (N-etüül-N-[2-(1-isobutoksüetoksü)etüül]-4-(fenüülaso)aniliin) tuvastamist gaasiõli tüüpi vedelkütustes. Viimaste hulka kuuluvad kiirekäigulise diiselmootori kütus (diislikütus) ja kerge kütteõli, millest ASTM D 84 meetodi järgi määrates destilleerub temperatuurini 250 ºC vähem kui 65 mahuprotsenti ja temperatuurini 350 ºC 85 mahuprotsenti või rohkem. Metoodika on ilma oluliste muutusteta rakendatav ka teiste destillaatkütuste puhul, kui on vaja tuvastada, kas need sisaldavad *Solvent Yellow 124*-ga erimärgistatud kütust.

2. Meetodi kokkuvõte

Solvent Yellow 124 olemasolu ja kvantitatiivne sisaldus tehakse kindlaks iseloomuliku punase värvuse järgi, mis tekib, kui *Solvent Yellow 124* reageerib tuvastamisreagendiga. Viimane on ühtlasi ekstrahent, mille abil *Solvent Yellow 124* eraldatakse kütusest. Protseduuriga A määratakse *Solvent Yellow 124* kvantitatiivne sisaldus spektrofotomeetriliselt laboratooriumis. Protseduuriga B tuvastatakse *Solvent Yellow 124* olemasolu või ligikaudne sisaldus proovis visuaalselt välitingimustes.

3. Seadmed

3.1. Protseduuri A jaoks:
3.1.1. *kahekiireline spektrofotomeeter*, millega saab mõõta optilist tihedust lainepikkuste vahemikus 400–800 nm, varustatud 10 mm klaasküvettidega;
3.1.2. *analüütilised kaalud* tundlikkusega 0,1 mg;
3.1.3. *jaotuslehtrid* mahuga 150 cm^3;
3.1.4. *süstlad* mahuga 10 cm^3;
3.1.5. *süstla filtrid* avadega 0,45 mikromeetrit;
3.1.6. *mõõtekolvid* mahuga 100 ja 200 cm^3;
3.1.7. *pipetid* mahuga 5, 10, 15 ja 20 cm^3;
3.1.8. *mõõtepipetid* mahuga 2,0 cm^3, millel on jaotused 0,02 cm^3.

3.2. Protseduuri B jaoks:
3.2.1. läbipaistvad klaas- või plastkorgiga hermeetiliselt suletavad *klaaspudelid* või *katseklaasid* mahuga 40–50 cm^3 ja 120–150 cm^3;
3.2.2. *mõõtesilindrid* mahuga 10, 20 ja 100 cm^3.

4. Reagendid

4.1. *Solvent Yellow 124* (N-etüül-N-[2-(1-isobutoksüetoksü)etüül]-4-(fenüülaso)aniliin) – tahke (põhiaine sisaldus vähemalt 98 massiprotsenti) või teadaoleva kontsentratsiooniga vedel asovärvaine.

4.2. *Vesinikkloriidhape* (soolhape, HCl) 18,5–20,5-protsendilise vesilahusena; saadakse analüüsipuhta kontsentreeritud vesinikkloriidhappe segamisel võrdse mahu destilleeritud veega.
Hoiatus: Vesinikkloriidhape on tugevalt sööbiv ning temast eralduvad mürgised aurud. Seetõttu tuleb kõik operatsioonid temaga teha ettevaatlikult, vältides mahatilkumist ning kasutades kummikindaid ja kaitseprille.

4.3. *Isooktaan* või *tsükloheksaan*, analüüsipuhas.

PROTSEDUUR A

5. Kalibreerimine

5.1. Valmistatakse *Solvent Yellow 124* esmane standardlahus erimärgistatavas kütuses kontsentratsiooniga 8 mg/dm^3. Selleks lahustatakse 0,08 kuni 0,10 g (kaalutud täpsusega 0,0002 g) erimärgistusainet *Solvent Yellow 124* mõõtekolvis mahuga 100 cm^3 ning täidetakse see märgini tsükloheksaani või isooktaaniga. Alikvootne kogus saadud lahust kantakse mõõtepipetiga teise mõõtekolbi mahuga 200 cm^3, kasutades selle mõõtekolvi märgini täitmisel erimärgistatava kütusega sama tüüpi kütust.

Märkus 1. Teise mõõtekolbi kantava alikvootse osa maht *V* kuupsentimeetrites arvutatakse valemi $V = 0{,}16/G$ abil, milles *G* on *Solvent Yellow 124* esialgne kaalutis grammides.

Märkus 2. Kõiki *Solvent Yellow 124* lahuseid peab hoidma hermeetiliselt suletuna pimedas.

5.2. Nelja jaotuslehtrisse mahuga 150 cm^3 pipeteeritakse 5,0; 10,0; 15,0 ja 20,0 cm^3 punkti 5.1 järgi valmistatud esmast standardlahust. Kolme esimesse jaotuslehtrisse lisatakse vastavalt 15,0; 10,0 ja 5,0 cm^3 sama kütust, milles valmistati esmane standardlahus. Saadakse teisesed standardlahused, milles *Solvent Yellow 124* kontsentratsioon on vastavalt 2,0; 4,0; 6,0 ja 8,0 mg/dm^3.

5.3. Esimesse jaotuslehtrisse lisatakse 10 cm^3 reagenti (vesinikkloriidhapet), mis on valmistatud vastavalt punktile 4.2.

5.4. Jaotuslehtri sisu segatakse ettevaatlikult umbes 2 minuti vältel, pöörates lehtrit korduvalt kraaniga ülespidi. Oodatakse 1–2 minutit, kuni vedelik eristub täielikult kahte kihti.

Märkus 3. Segama peab ettevaatlikult. Liiga tugeval segamisel muutub alumine kiht häguseks. Samuti soodustab segamine ülerõhu teket jaotuslehtris.

5.5. Valmistatakse ette 10 cm^3 mahuga süstal, sobitades sellele filtri ning eemaldades kolvi.

Märkus 4. Süstalt ja filtrit kasutatakse, et kõrvaldada hägu, mis tekib erimärgistusaine ekstraktsioonil. Eelistada tuleks hõlpsasti demonteeritavaid plastsüstlaid.

5.6. Mitte hiljem kui 10 minutit pärast segamist lastakse alumine, punane kiht jaotuslehtrist süstla silindrisse.

5.7. Süstlasse paigutatakse kolb ja surutakse ettevaatlikult mõni tilk (umbes 1 cm^3) vedelikku välja.

5.8. Ülejäänud vedelik surutakse süstlast ettevaatlikult spektrofotomeetri ühte küvetti ning asetatakse see prooviküveti pessa.

Märkus 5. Kui ekstraktsioon õnnestub korraldada nii, et silmaga märgatavat hägu ei teki, võib operatsioonid 5.5–5.8 ära jätta, kandes alumise kihi jaotuslehtrist otse spektrofotomeetri küvetti.

5.9. Spektrofotomeetri teine küvett täidetakse reagendiga, mis on valmistatud vastavalt punktile 4.2, ning asetatakse võrdlusküveti pessa.

5.10. Mõõdetakse proovi (alumise, punase kihi) optilist tihedust kahel lainepikkusel: 520 nm (vastab absorptsioonimaksimumile määratava punase ühendi spektris) ning 800 nm (iseloomustab hägususest tingitud fooni absorptsiooni).

5.11. Arvutatakse 520 nm ja 800 nm juures mõõdetud optiliste tiheduste vahe. Saadud tulemus loetakse *Solvent Yellow 124* sisaldusest põhjustatud optiliseks tiheduseks D_Y.

5.12. Operatsioone 5.3–5.11 korratakse kõigi ülejäänud kolme jaotuslehtri sisuga.

5.13. Koostatakse kalibreerimisgraafik, kandes abstsissteljele *Solvent Yellow 124* kontsentratsiooni milligrammides kuupdetsimeetri kohta punkti 5.2 järgi valmistatud teisestes standardlahustes ning ordinaatteljele vastavast standardlahusest eraldatud alumise kihi optilise tiheduse D_Y, mis on saadud vastavalt punktidele 5.10 ja 5.11.

Märkus 6. Reeglina on kalibreerimisgraafik koordinaatide alguspunktist lähtuv sirgjoon, s.o D_Y on võrdeline *Solvent Yellow 124* kontsentratsiooniga teiseses standardlahuses.

6. *Solvent Yellow 124* kvantitatiivne määramine

6.1. Jaotuslehtrisse mahuga 150 cm^3 pipeteeritakse 20 cm^3 analüüsitavat proovi.

6.2. Tehakse operatsioonid 5.3–5.11, määrates *Solvent Yellow 124* sisaldusest põhjustatud optilise tiheduse D_Y.

Märkus 7. Kui *Solvent Yellow 124* kontsentratsioon analüüsitavas proovis on oluliselt väiksem kui õigusaktis sätestatud (s.o analüüsitakse erimärgistatud ja erimärgistamata kütuse segu), on otstarbekohane punktis 6.1 nimetatud proovi kogust suurendada kuni 100 cm^3-ni. Sel juhul võetakse kalibreerimisel teiseseid standardlahuseid samas koguses kui analüüsitavat proovi, kuid *Solvent Yellow 124* kontsentratsioon nendes valitakse madalamal tasemel kui punktis 5.2 näidatud.

6.3. Loetakse otse kalibreerimisgraafikult *Solvent Yellow 124* kontsentratsioon milligrammides kuupdetsimeetri kohta, mis vastab proovi D_Y väärtusele.

7. Tulemuste väljendamine

Punkti 6.3 järgi saadud *Solvent Yellow 124* kontsentratsiooni arvväärtus antakse täpsusega 0,1 mg/dm^3, nimetades saadud tulemust *Solvent Yellow 124* sisalduseks milligrammides kuupdetsimeetri kohta.

Märkus 8. Ühikutes mg/dm^3, mg/l, g/1000 l, g/m^3 ja kg/1000 m^3 väljendatud tulemused on ekvivalentsed.

PROTSEDUUR B

8. *Solvent Yellow 124* kvalitatiivne tuvastamine välitingimustes

8.1. 20 cm^3 analüüsitavat kütust kantakse hermeetiliselt suletavasse pudelisse või katseklaasi.

8.2. Lisatakse 10 cm^3 reagenti (vesinikkloriidhapet), mis on valmistatud vastavalt punktile 4.2.

8.3. Pudeli või katseklaasi sisu segatakse ettevaatlikult umbes 1 minuti vältel, pöörates hermeetiliselt suletud anumat korduvalt põhjaga ülespidi.

8.4. Oodatakse umbes 2 minutit, et vedelik eristuks täielikult kahte kihti. Alumise kihi värvumine punaseks näitab *Solvent Yellow 124* olemasolu kütuses.

Märkus 9. Analüüsiks võetava kütuse kogus 20 cm^3 (punkt 8.1) on optimaalne, kui *Solvent Yellow 124* eeldatav kontsentratsioon on umbes 6 mg/dm^3. Kui erimärgistusaine kontsentratsioon on väiksem (analüüsitakse erimärgistatud ja erimärgistamata kütuse segu), võetakse kütust vastavalt rohkem, kuid mitte üle 100 cm^3.

Märkus 10. *Solvent Yellow 124* koguse ligikaudseks hindamiseks proovis võib valmistada mitmesuguse kontsentratsiooniga standardlahused sama tüüpi kütuses, teha nendega läbi operatsioonid 8.1 kuni 8.4 ning võrrelda visuaalselt analüüsitava proovi ja standardlahuste puhul saadavate alumiste kihtide punase värvuse intensiivsust.