МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33899— 2016

БЕНЗИН

Определение содержания свинца методами рентгеновской спектроскопии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 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 22 ноября 2016 г. № 93-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
Грузия	GE	Грузстандарт
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 апреля 2017 г. № 262-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33899—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 5059—14 «Стандартные методы определения свинца в бензине рентгеновской спектроскопией» («Standard test methods for lead in gasoline by X-ray spectroscopy», IDT).

Стандарт разработан Подкомитетом D02.03 Elemental analysis («Элементный анализ») совместного Технического комитета по стандартизации ASTM D02 Petroleum products and lubricants («Нефтепродукты и смазочные материалы»).

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

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

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»

© Стандартинформ, оформление, 2017, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Сущность методов . . . 2
4 Назначение и применение . . . 2
Метод А. Метод определения высокого содержания свинца с использованием раствора висмута в качестве внутреннего стандарта . . . 2
5 Аппаратура . . . 2
6 Реактивы и материалы . . . 3
7 Калибровка . . . 4
8 Проверки качества . . . 4
9 Проведение испытаний . . . 5
10 Протокол испытаний . . . 5
Метод В. Метод рассеянного излучения вольфрама . . . 5
11 Аппаратура . . . 5
12 Реактивы и материалы . . . 5
13 Калибровка . . . 6
14 Проверки контроля качества . . . 6
15 Проведение испытаний . . . 6
16 Протокол испытаний . . . 6
Метод С. Метод определения следовых количеств свинца с использованием раствора висмута в качестве внутреннего стандарта . . . 7
17 Аппаратура . . . 7
18 Реактивы и материалы . . . 7
19 Калибровка . . . 7
20 Проверки контроля качества . . . 7
21 Проведение испытаний . . . 7
22 Вычисление . . . 8
23 Протокол испытаний . . . 8
24 Прецизионность и смещение . . . 8
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам . . . 10

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИН

Определение содержания свинца методами рентгеновской спектроскопии

Gasoline. Determination of lead content by methods of X-ray spectroscopy

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает методы определения общего содержания свинца в бензине в диапазонах концентраций от 0,0026 до 1,321 г Pb/дм^3 [или от 0,010 до 5,0 г Pb/американский галлон, от 0,012 до 6,0 г Pb/английский галлон].

1.1.1 Методы А и В предназначены для диапазона концентраций от 0,026 до 1,321 г Pb/дм^3 (от 0,10 до 5,0 г Pb/американский галлон). Метод С — для диапазона концентраций от 0,0026 до 0,1321 г Pb/дм^3 (от 0,010 до 0,500 г Pb/американский галлон).

1.1.2 Методы испытаний по настоящему стандарту не зависят от состава бензина и типа алкилата свинца.

1.2 Метод А был изложен в отмененном в настоящее время ASTM D 2599, разделы 5—10.

Метод В был изложен в отмененном в настоящее время ASTM D 2599, разделы 11—16.

Метод С был изложен в отмененном в настоящее время ASTM D 3229, разделы 17—23.

1.3 Значения, установленные в единицах СИ, считают стандартными. Значения содержания свинца в граммах на американский галлон являются предпочтительными в системе регулирования США. Следует учитывать, что в других странах могут быть предпочтительны другие единицы измерения.

1.4 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья персонала, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Более подробные сведения о характеристиках опасного воздействия приведены в разделах 5, 6, 11 и 18.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

2.1 Стандарты ASTM[1)]:

ASTM D 3341, Test method for lead in gasoline — Iodine monochloride method (Определение свинца в бензине. Метод с использованием монохлорида йода)

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

ASTM D 6299, Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Практика применения статистических методов контроля качества и контрольных карт для оценки характеристик системы аналитических измерений)

[1)] Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM gost.e-ecolog.ru ужбе поддержки клиентов ASTM: gost.e-ecolog.ru формационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к своду стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

Издание официальное

ASTM D 6792, Practice for quality system in petroleum products and lubricants testing laboratories (Практическое применение системы качества в испытательных лабораториях нефтепродуктов и смазочных материалов)

3 Сущность методов

3.1 Существуют три альтернативных метода испытаний.

3.1.1 Метод А — метод определения высокого содержания свинца с использованием раствора висмута в качестве внутреннего стандарта

Объем образца тщательно смешивают с равным объемом раствора висмута (внутреннего стандарта). Помещают смесь в пучок рентгеновских лучей и определяют интенсивность L-α_1 излучения свинца при длине волны 1,175 Å и интенсивность L-α_1 излучения висмута при длине волны 1,144 Å. Содержание свинца в образце измеряют сравнением соотношения общих скоростей счета при длинах волн 1,175 Å и 1,144 Å с тем же соотношением содержания на предварительно построенной калибровочной кривой.

3.1.2 Метод В — метод рассеянного излучения вольфрама

При испытании образца получают соотношение чистой интенсивности рентгеновских лучей L-α_1 излучения свинца к чистой интенсивности некогерентного рассеянного излучения L-α_1 вольфрама. Содержание свинца определяют путем умножения этого соотношения на калибровочный коэффициент, полученный с помощью стандартного раствора свинца известной концентрации.

3.1.3 Метод С — метод определения следовых количеств свинца с использованием раствора висмута в качестве внутреннего стандарта

Образец объемом 20 см^3 тщательно смешивают с 2 см^3 раствора висмута (внутреннего стандарта). Помещают смесь в пучок рентгеновских лучей спектрометра и определяют интенсивность L-α_1 излучения свинца при длине волны 1,175 Å, интенсивность L-α_1 излучения висмута при длине волны 1,144 Å и фон при длине волны 1,194 Å. По этой же процедуре проводят холостой опыт на образце, приготовленном из изооктана и внутреннего стандарта висмута. Содержание свинца измеряют, определяя соотношение чистой скорости счета при 1,175 Å к общей скорости счета при 1,144 Å для образца, вычитая сравниваемое соотношение, полученное для холостого опыта, и сравнивая с теми же соотношениями на предварительно подготовленной (построенной) калибровочной кривой.

4 Назначение и применение

4.1 Методы испытаний по настоящему стандарту позволяют определять содержание свинца в бензине, поступающего из присадок на основе алкил свинца. Присадки на основе алкил свинца улучшают антидетонационные свойства.

4.2 Метод С используют для определения следовых количеств свинца в бензинах, в которых содержание свинца в соответствии с федеральным регулированием нормируется как «отсутствие» (40 CFR, часть 80).

Метод А. Метод определения высокого содержания свинца с использованием раствора висмута в качестве внутреннего стандарта

5 Аппаратура

5.1 Рентгеновский спектрометр, обеспечивающий измерение излучения по 3.1.1, со следующими рабочими характеристиками (или позволяющий получить эквивалентные результаты):

- напряжение в трубке	50 кВ;
- ток в трубке	20—45 мА;
- кристалл-анализатор	фторид лития (LiF);
- оптический путь	воздух, гелий (**Предупреждение** — Сжатый газ под давлением);
- детектор	пропорциональный или сцинтилляционный.

Примечание 1 — Рентгеновский спектрометр и способ его применения должны соответствовать правилам использования оборудования с ионизирующим излучением и/или рекомендациям Международной комиссии по радиологической защите.

6 Реактивы и материалы

6.1 Чистота реактивов

Следует использовать химические вещества квалификации х. ч. Если нет других указаний, предполагают, что все реактивы соответствуют спецификациям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества, где такие спецификации доступны[2]. Можно использовать реактивы других классов чистоты при условии, что их применение не снижает точность определения.

6.2 Соединение висмута, растворимое в углеводородном растворителе

Примечание 2 — Было установлено, что можно использовать 2-этилгексоат висмута. Можно использовать другие вещества, содержащие висмут и растворимые в углеводородном растворителе, если они соответствуют 6.1.

6.3 Раствор висмута (внутренний стандарт)

Соединение висмута разбавляют соответствующим углеводородным растворителем. При использовании в качестве стабилизатора 2-этилгексоата висмута добавляют 2-этилгексановую кислоту (см. примечание 3), чтобы получить раствор, содержащий 0,793 г Bi/дм^3 при 15,5 °С [3,00 г Bi/американский галлон при 15,5 °С (60 °F) или 3,60 г Bi/английский галлон при 15,5 °С (60 °F)].

Примечание 3 — Опыт работы с раствором внутреннего стандарта 2-этилгексоатом висмута выявил проблемы его стабильности. Было установлено, что смесь внутреннего стандарта, содержащая 5 % 2-этилгексановой кислоты, может храниться почти неограниченное время. 2-Этилгексановая кислота стабилизирует растворы 2-этилгексоата висмута в изооктане, толуоле и бензоле, которые стабильны только в течение одного или двух дней. *н*-Октановая кислота не стабилизирует раствор.

6.4 Изооктан (**Предупреждение** — Чрезвычайно легковоспламеняющийся)

6.5 Растворитель

Растворитель, обеспечивающий растворение соединения висмута для внутреннего стандарта. Было установлено, что можно использовать смешанные ксилолы и додекан.

6.6 Соединение свинца, растворимое в углеводороде

Тетраэтилсвинец (TEL) или другое соединение, содержащее свинец (например, нафтенат свинца), с сертифицированным содержанием свинца.

6.7 Стандартный раствор свинца (Pb)

Растворяют тетраэтилсвинец (TEL) (**Предупреждение** — TEL токсичен при попадании в организм), нафтенат свинца (см. примечание 4) или другое содержащее свинец соединение в изооктане (**Предупреждение** — Чрезвычайно легковоспламеняющийся), толуоле или смеси этих двух растворителей. Данный стандартный раствор должен содержать точно известную концентрацию свинца, равную приблизительно 1,3 г Pb/дм^3 при 15,5 °С [5,0 г Pb/американский галлон при 15,5 °С (60 °F) или 6,0 г Pb/английский галлон при 15,5 °С (60 °F)].

6.7.1 Стандартный раствор до использования хранят в холодильнике.

Примечание 4 — Было установлено, что в качестве калибровочного раствора можно использовать раствор нафтената свинца с таким же содержанием свинца. Концентрированный TEL не используют для приготовления стандартных растворов. Концентрированный раствор чрезвычайно токсичен, и с ним опасно работать в обычных лабораторных условиях.

Примечание 5 — Если стандартный раствор свинца приготовлен с использованием TEL, то содержание свинца можно определить по ASTM D 3341.

6.8 Толуол (**Предупреждение** — Воспламеняющийся. Пары вредны)

---

[2] Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM gost.e-ecolog.ru ужбе поддержки клиентов ASTM: gost.e-ecolog.ru формационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

7 Калибровка

7.1 Разбавляют стандартный раствор свинца (Pb) толуолом, изооктаном или смесью этих растворителей таким образом, чтобы получить растворы калибровочных стандартов с содержанием свинца 0,025; 0,264; 0,529; 0,793; 1,057; 1,322 г Pb/дм^3 при 15,5 °С [или 0,10; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00 и 5,00 г Pb/американский галлон при 15,5 °С (60 °F) или 0,10; 1,00; 2,50; 3,50; 5,00 и 6,00 г Pb/английский галлон при 15,5 °С (60 °F)].

7.2 Растворы свинца и висмута (внутреннего стандарта) должны иметь температуру окружающей среды.

7.3 Аккуратно вводят пипеткой 10 см^3 каждого калибровочного стандарта в отдельную стеклянную бутылку или колбу с притертой пробкой и добавляют в каждую емкость одинаковый, точно измеренный объем раствора висмута (внутреннего стандарта). Тщательно перемешивают.

7.4 Помещают один из этих растворов в кювету для образца в соответствии с правилами работы используемого спектрометра. Помещают кювету в прибор и позволяют параметрам газовой смеси спектрометра достичь равновесия. Определяют скорость счета на L-α_1 линии свинца (1,175 Å) и L-α_1 линии висмута (1,144 Å).

Примечание 6 — По возможности для каждой линии получают не менее 100 000 единиц счета. Если чувствительность прибора и/или содержание свинца делают нецелесообразным получение такого количества импульсов, следует использовать процедуру, позволяющую обеспечить наибольшую статистическую точность за время, установленное для каждого анализа. При определении скорости счета следует учитывать стабильность образца. Следует фиксировать изменение скорости счета, так как изменение скорости счета только в одном направлении может указывать на разложение образца. В таком случае следует использовать более короткое время счета в соответствии с приемлемой статистической точностью.

7.5 Определяют соотношение скоростей счета для свинца и висмута R в каждом стандартном калибровочном растворе по формуле (1)

$$R = \frac{A}{B}, \quad (1)$$

где A — скорость счета для свинца при 1,175 Å;

B — скорость счета для висмута при 1,144 Å.

7.6 Строят калибровочную кривую, устанавливающую зависимость между R и содержанием свинца в граммах на кубический дециметр.

Примечание 7 — Компьютерная система многих современных рентгеновских спектрометров позволяет построить и сохранить калибровочную кривую, наклон и необходимую информацию вместо построения калибровочной кривой вручную.

8 Проверки качества

8.1 Ежедневно подтверждают калибровку находящегося в работе прибора, анализируя образец контроля качества (QC), содержащий количественно определенное содержание свинца, т. е. не связанный с калибровочной кривой. Для обеспечения качества результатов испытаний целесообразно анализировать дополнительные образцы QC, например в начале и конце партии образцов или после определенного количества образцов. Анализ результатов для образцов QC можно выполнить с использованием контрольных карт[3)]. Может потребоваться повторная калибровка прибора, если результат анализа образца QC превышает внутрилабораторные пределы контроля качества измерений. Для предполагаемого периода применения должен быть доступен достаточный запас материала образцов QC, однородного и стабильного в условиях хранения. По возможности образец QC должен быть представительным по отношению к анализируемым образцам; среднеарифметическое значение и контрольные пределы образца QC следует определить до контроля процесса измерения. Для обеспечения качества данных прецизионность образца QC должна быть проверена и соответствовать прецизионности настоящего метода. Дополнительные рекомендации по контролю качества приведены в ASTM D 6299 и ASTM D 6972.

[3)] Руководство по представлению результатов анализа с помощью контрольных карт (ASTM MNL 7, Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis), Section 3, Control Charts for Individuals, 6th ed., ASTM International, W. Conshohocken, PA.

9 Проведение испытаний

9.1 Отбор проб — по ASTM D 4057.

9.2 Готовят образцы для анализа в соответствии с 7.3 и 7.4, определяют соотношение *R* для стандартных растворов свинца по 7.5.

9.3 Определяют содержание свинца в образцах, сравнивая полученные значения *R* с построенной ранее калибровочной кривой.

10 Протокол испытаний

10.1 Записывают содержание свинца (г Pb/дм^3) при 15,5 °С с точностью до 0,003 г [г Pb/американский галлон при 15,5 °С (60 °F) или г Pb/английский галлон при 15,5 °С (60 °F) с точностью до 0,01 г].

Примечание 8 — Для пересчета в г Pb/американский галлон при 15,5 °С (60 °F):
a) г Pb/английский галлон при 15,5 °С (60 °F) умножают на 1,200;
b) г Pb/дм^3 при 15,5 °С умножают на 0,2642.

Метод В. Метод рассеянного излучения вольфрама

11 Аппаратура

11.1 Рентгеновский спектрометр, обеспечивающий измерение излучений по 3.1.2, со следующими характеристиками (или любой другой прибор, дающий эквивалентные результаты):

- напряжение в трубке	50 кВ;
- ток в трубке	20—45 мА;
- анод трубки	вольфрам;
- кристалл-анализатор	фторид лития (LiF);
- оптическая путь	воздух, гелий; (**Предупреждение** — Сжатый газ под давлением);
- коллимация	точная;
- анализатор высоты импульса	устанавливают по возможности самое низкое разрешение прибора, чтобы избежать влияния шума на используемый детектор;
- детектор	пропорциональный или сцинтилляционный;
- техника счета	фиксированное время.

11.1.1 Значение фиксированного времени имеет два ограничения: время должно быть не менее 30 с и счет при минимальной интенсивности за это время (фон при *A* = 1,211 Å) должен превышать 200 000.

Примечание 9 — Рентгеновский спектрометр и его использование должны соответствовать правилам применения ионизирующего излучения и/или рекомендациям Международной комиссии по радиологической защите.

12 Реактивы и материалы

12.1 Изооктан (**Предупреждение** — Чрезвычайно легковоспламеняющийся)

12.2 Стандартный раствор свинца (Pb)

Растворяют тетраэтилсвинец (TEL) (**Предупреждение** — TEL токсичен при попадании в организм), нафтенат свинца (см. примечание 4) или другое соединение, содержащее свинец, в изооктане (**Предупреждение** — Чрезвычайно легковоспламеняющийся), толуоле или смеси этих двух растворителей. При использовании TEL содержание свинца определяют в соответствии с примечанием 5. Содержание свинца в стандартном растворе должно быть точно известно и составлять приблизительно 1,3 г Pb/дм^3 при 15,5 °С [5 г Pb/американский галлон при 15,5 °С (60 °F) или 6 г Pb/английский галлон при 15,5 °С (60 °F)].

12.2.1 Стандартный раствор хранят в холодильнике.

13 Калибровка

13.1 Помещают стандартный раствор свинца в кювету для образца, используя технические приемы, предусмотренные для применяемого спектрометра. Кювету помещают в пучок рентгеновских лучей, используя условия, приведенные в разделе 10, и позволяют параметрам газовой смеси спектрометра достичь равновесия (при необходимости). Считывают одно показание интенсивности на каждой из следующих установок длины волны, затем заменяют стандартный раствор свежей порцией и повторяют считывание показаний. Повторяют эту процедуру с изооктаном.

Аналитическая линия, свинец L-α_1	λ = 1,175 Å
Падающее излучение WL-α_1 (некогерентное)	λ = 1,500 Å, вычислено для геометрических параметров прибора 90° (см. примечание 10)
Положение фона	λ = 1,211 Å

Примечание 10 — Вычислено при угле между падающим излучением и выходящим из коллиматора, равным 90°, по формуле Комптоновского рассеяния

$$\lambda' - \lambda = 0{,}024\ (1 - \cos\varphi), \tag{2}$$

где λ' — длина волны некогерентного рассеянного излучения;
λ — длина волны падающего излучения WL-α_1;
φ — угол между падающим и рассеянным излучением.

13.2 Определяют скорректированный фон умножением интенсивности фона при λ = 1,211 Å на следующее соотношение, полученное в холостом опыте с изооктаном,

$$\frac{\text{Фон при } A = 1{,}175\ \text{Å}}{\text{Фон при } A = 1{,}211\ \text{Å}}. \tag{3}$$

13.3 Вычисляют соотношение R', используя среднеарифметическое значение двух измерений интенсивности при каждой длине волны, по формуле

$$R' = \frac{\text{свинец } L - \alpha_1 - \text{скорректированный фон}}{\text{некогерентная } WL - \alpha_1 - \text{фон}}. \tag{4}$$

13.4 Вычисляют калибровочный коэффициент F путем деления содержания свинца в стандартном растворе на R'.

14 Проверки контроля качества

14.1 При анализе образцов по методу В следуют требованиям, приведенным в 8.1.

15 Проведение испытаний

15.1 Отбор проб — по ASTM D 4057.

15.2 Перед проведением испытаний температуру стандартного раствора свинца и образцов бензина доводят до температуры окружающей среды.

15.3 Калибровочный коэффициент F устанавливают ежедневно при использовании метода, как указано в 13.4.

15.4 Определяют соотношение R' для образцов по 13.1—13.3 и вычисляют содержание свинца в образцах умножением R' на калибровочный коэффициент F.

16 Протокол испытаний

16.1 Записывают содержание свинца в г Pb/дм^3 при 15,5 °С с точностью до 0,003 г [г Pb/английский галлон при 15,5 °С (60 °F) или г Pb/американский галлон при 15,5 °С (60 °F) с точностью до 0,01 г].

Метод С. Метод определения следовых количеств свинца с использованием раствора висмута в качестве внутреннего стандарта

17 Аппаратура

17.1 Рентгеновский спектрометр, описание которого приведено в 5.1 (см. примечание 9).

18 Реактивы и материалы

18.1 Используют реактивы, приведенные в разделе 6.

18.2 Стандартный раствор свинца с концентрацией 0,132 г Pb/дм^3 при 15,6 °С (0,500 г Pb/американский галлон). Разбавляют аликвоту стандартного раствора, приготовленного по 6.6, таким образом, чтобы он содержал 0,132 г Pb/дм^3 при 15,6 °С [0,500 г Pb/американский галлон при 15,6 °С (60 °F)]. Раствор хранят в холодильнике (**Предупреждение** — TEL токсичен при попадании в организм).

19 Калибровка

19.1 Точным разбавлением стандартных растворов, содержащих 0,132 г Pb/дм^3 (0,500 г Pb/американский галлон), толуолом, изооктаном или смесью этих двух растворителей готовят растворы калибровочных стандартов с содержанием свинца 0,0793; 0,025; 0,0132; 0,00264; 0,00132; 0,00026 г Pb/дм^3 при 15,6 °С [0,30; 0,10; 0,050; 0,01, 0,005 и 0,001 г Pb/американский галлон при 15,6 °С (60 °F)]. Стандартный (калибровочный) раствор с содержанием 0,000 г Pb/дм^3 сохраняют в качестве холостого раствора.

19.2 Температуру всех растворов доводят до температуры окружающей среды.

19.3 Пипеткой аккуратно переносят по 20,0 см^3 каждого калибровочного стандарта [в том числе с содержанием 0,132 г Pb/дм^3 (0,500 г Pb/галлон)] и холостого раствора в отдельные бутылки или колбы с притертой пробкой и добавляют точно 2,0 см^3 внутреннего стандарта висмута. Тщательно перемешивают.

19.4 Помещают один из этих растворов в кювету для образца, используя технические приемы при работе со спектрометром. Помещают кювету в прибор, дают параметрам газовой смеси спектрометра достичь равновесия и определяют скорость счета на L-α_1 линии Pb (1,175 Å), L-α_1 линии Bi (1,144 Å) и фона (1,194 Å).

19.5 Определяют соотношение R для каждого калибровочного стандарта и холостого раствора по формуле (5)

$$R = (A - C)/B, \quad (5)$$

где A — скорость счета при 1,175 Å;

C — скорость счета при 1,194 Å;

B — скорость счета при 1,144 Å.

19.6 Определяют скорректированное соотношение R_c по формуле (6)

$$R_c = R - R_b, \quad (6)$$

где R_b — соотношение для холостого раствора.

19.7 Строят калибровочную кривую (см. примечание 7), устанавливающую соотношение между R_c и содержанием свинца в граммах на кубический дециметр. При получении прямой линии определяют наклон S по формуле

$$S = (\text{г Pb/американский галлон})/R_c. \quad (7)$$

20 Проверки контроля качества

20.1 При анализе образцов по методу С следуют требованиям, установленным в 8.1.

21 Проведение испытаний

21.1 Отбор проб — по ASTM D 4057.

21.2 Готовят испытуемые образцы и холостой раствор в соответствии с 19.3 и 19.4 аналогично приготовлению калибровочных стандартов свинца и определяют соотношение R_c, как указано в 19.5 и 19.6, с использованием результатов анализа холостого раствора во время испытания.

22 Вычисление

22.1 Вычисляют содержание свинца в образцах по соотношению R_c на ранее построенной калибровочной кривой. Если значение S установлено по 19.7, то содержание свинца вычисляют по формуле

$$\text{Pb, г Pb/американский галлон} = R_c \cdot S. \quad (8)$$

23 Протокол испытаний

23.1 Записывают содержание свинца, полученное по 22.1, в г Pb/американский галлон при 60 °F (15,6 °C) с точностью до 0,005 г.

24 Прецизионность и смещение[4)]

24.1 Прецизионность настоящих методов получена путем статистической обработки результатов межлабораторных исследований.

24.1.1 Повторяемость

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 значения, приведенные в таблице 1, только в одном случае из 20.

Таблица 1 — Повторяемость методов испытаний

Метод А	Метод В	Метод С	Единица измерения X
0,008 + 0,008X	0,004+ 0,015X	—	г Pb/дм^3 при 15,5 °C (60 °F)
0,029 + 0,008X	0,014+ 0,015X	0,007+ 0,14X	г Pb/американский галлон при 15,5 °C (60 °F)
0,035 + 0,008X	0,017+ 0,015X	—	г Pb/английский галлон при 15,5 °C (60 °F)

24.1.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения, приведенные в таблице 2, только в одном случае из 20.

Таблица 2 — Воспроизводимость методов испытаний

Метод А	Метод В	Метод С	Единица измерения X
0,027 + 0,030X	0,010 + 0,039X	—	г Pb/дм^3 при 15,5 °C (60 °F)
0,103 + 0,030X	0,037 + 0,039X	0,018+ 0,15X	г Pb/американский галлон при 15,5 °C (60 °F)
0,124 + 0,030X	0,044 + 0,039X	—	г Pb/английский галлон при 15,5 °C (60 °F)

[4)] Подтверждающие данные можно получить в ASTM International Headquarters при запросе исследовательского отчета RR:D02-1283.

Примечание 11 — Прецизионность метода получена с использованием стандартных растворов только тетраэтилсвинца, и пользователи метода должны учитывать, что установленная прецизионность неприменима при использовании других стандартных растворов свинца.

24.2 Смещение

Расхождение результатов настоящего метода и истинного содержания свинца не превышает воспроизводимости метода испытаний.

Примечание 12 — Смещение было определено по результатам анализа эталонных материалов в четырех лабораториях NIST.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 3341	—	*
ASTM D 4057	NEQ	ГОСТ 31873—2012 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
ASTM D 6299	—	*
ASTM D 6792	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

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

- NEQ — неэквивалентный стандарт.

УДК 665.730+77.026.34:006.354 МКС 75.160.20

Ключевые слова: бензин, определение содержания свинца, рентгеновская спектроскопия

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *С.В. Сухарева*

Сдано в набор 16.08.2019. Подписано в печать 27.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,50.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru