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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33905— 2016

БЕНЗИН

Определение содержания фосфора

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. № 259-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33905—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 3231—13 «Стандартный метод определения фосфора в бензине» («Standard test method for phosphorus in gasoline», IDT).

Стандарт разработан Подкомитетом D02.03 «Элементный анализ» Технического комитета ASTM D02 «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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИН

Определение содержания фосфора

Gasoline. Determination of the phosphorus content

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания фосфора в бензине, обычно присутствующего в виде эфиров и/или солей пятивалентного фосфора. Настоящий метод применим для определения содержания фосфора в диапазоне от 0,2 до 40 мг P/дм^3 или от 0,0008 до 0,15 г P/американский галлон.

1.2 Значения, приведенные в единицах СИ, считают стандартными. Значения, приведенные в скобках, даны только для информации.

1.3 Настоящий стандарт не ставит своей целью рассмотреть все проблемы техники безопасности, связанные с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих мероприятий по технике безопасности и охране здоровья персонала и определение применимости регламентированных ограничений перед его использованием. Конкретные предупреждения приведены в разделе 6 и 9.5.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты.

2.1 Стандарты ASTM[1)]

ASTM D 1193, Specification for reagent water (Спецификация на реактив воду)

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 построения контрольных карт для оценки характеристик аналитической системы измерений)

ASTM E 832, Specification for laboratory filter paper (Спецификация на лабораторную фильтровальную бумагу)

3 Сущность метода

3.1 Органическое вещество в образце разлагают путем прокаливания в присутствии оксида цинка. Остаток растворяют в серной кислоте и подвергают взаимодействию с молибдатом аммония и сульфатом гидразина. Поглощающая способность комплекса молибденовой сини пропорциональна концентрации фосфора в образце. Показания снимают приблизительно при 820 нм в кювете с длиной оптического пути 5 см.

[1)] Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM www.astm.org или в службе поддержки клиентов ASTM gost.e-ecolog.ru информационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к своду стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

Издание официальное

4 Назначение и применение

4.1 Фосфор, присутствующий в бензине, повреждает каталитические конвертеры, используемые в системах контроля за выхлопными газами автомобиля, и поэтому его содержание должно быть низким.

5 Аппаратура

5.1 Бюретка вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,05 $см^3$.

5.2 Термостат, обеспечивающий поддержание постоянной температуры и размещение нескольких мерных колб вместимостью 100 $см^3$, погруженных до метки. Термостат должен иметь достаточно большую вместимость резервуара или теплоемкость для поддержания температуры от 82,2 °С до 87,8 °С (от 180 °F до 190 °F) в течение всего периода нагревания образца.

Примечание 1 — Если температура горячей воды в термостате опускается ниже 82,2 °С (180 °F), цвет может проявиться не полностью.

5.3 Охлаждающая баня, оснащенная для удерживания нескольких мерных колб вместимостью 100 $см^3$, погруженных до метки в воду со льдом.

5.4 Фильтровальная бумага для количественного анализа класса G для мелкозернистых осадков по ASTM E 832.

5.5 Фарфоровая чашка для прокаливания, покрытая глазурью внутри и снаружи (№ ООА, диаметром 75 мм, вместимостью 70 $см^3$).

5.6 Спектрофотометр, оснащенный вольфрамовой лампой с фотоэлементом, чувствительным к красному цвету, обеспечивающий работу при длине волны 830 нм с абсорбционными кюветами с длиной оптического пути 5 см.

5.7 Термометр ASTM 34C или 34F диапазоном измерения от 25 °С до 105 °С (от 77 °F до 221 °F).

Примечание 2 — Можно использовать другие устройства для измерения температуры, такие как термопары или термометры сопротивления, при условии обеспечения такой же точности измерения, как и при использовании стеклянных ртутных термометров. В таких случаях прецизионность и смещение, приведенные в разделе 12, можно применять или не применять, поскольку прецизионность установлена на основании результатов межлабораторных исследований с использованием только ртутных термометров. Данные о влиянии альтернативных устройств измерения температуры на прецизионность метода отсутствуют.

5.8 Мерная колба вместимостью 100 $см^3$ с пришлифованной пробкой.

5.9 Мерная колба вместимостью 1000 $см^3$ с пришлифованной пробкой.

5.10 Шприц Luer-Lok вместимостью 10 $см^3$ с иглой длиной 5 см 22-го калибра.

5.11 Пипетки или дозирующее устройство эквивалентного объема для подачи необходимых объемов разбавленной серной кислоты (см. 6.8) и реактива молибдата гидразина.

6 Реактивы

6.1 Чистота реактивов

Следует использовать реактивы квалификации х. ч. Если нет других указаний, подразумевается, что все реактивы должны соответствовать спецификациям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества[2)], где такие спецификации доступны. Можно использовать другие марки реактивов, если установлено, что реактив имеет достаточно высокую чистоту и его использование не снижает точность определения.

6.2 Чистота воды

Если нет других указаний, ссылка на воду подразумевает использование реактива воды типа II или III по ASTM D 1193.

[2)] Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, DC. За предложениями по испытанию реагентов, не перечисленных Американским химическим обществом, следует обращаться к Analar Standards for Laboratory Chemicals, BOH Ltd, Poole, Dorset, U.K., и к United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeia Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

6.3 Раствор молибдата аммония

(**Предупреждение** — При горении может выделять ядовитый газ. Раздражает кожу и глаза. Вреден для здоровья при попадании внутрь.) (**Предупреждение** — В дополнение к другим предосторожностям при добавлении концентрированной серной кислоты к воде следует использовать маску для лица, резиновые перчатки и резиновый фартук.) В лабораторный стакан помещают 500 $см^3$ воды и размещают в бане с холодной водой, затем при непрерывном перемешивании медленно добавляют 225 $см^3$ концентрированной серной кислоты (H_2SO_4 с относительной плотностью 1,84): для измерения объемов жидкостей используют градуированные мерные цилиндры. Затем охлаждают раствор до температуры окружающей среды и добавляют 20 г тетрагидрата молибдата аммония [$(NH_4)_6Mo_7O_2 \cdot 4H_2O$]. Перемешивают до полного растворения и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$. Доводят раствор до метки водой.

6.4 Раствор сульфата гидразина

Растворяют 1,5 г сульфата гидразина ($N_2H_4 \cdot H_2SO_4$) (**Предупреждение** — Канцероген.) в 1 $дм^3$ воды, измеренной градуированным цилиндром. (**Предупреждение** — Раствор не стабилен. Его следует хранить плотно закупоренным в защищенном от воздействия света месте.) Срок хранения раствора — не более трех недель.

6.5 Реактив молибдат-гидразин

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают приблизительно 50 $см^3$ воды, затем пипеткой вносят 25 $см^3$ раствора молибдата аммония, добавляют пипеткой 10 $см^3$ раствора $N_2H_4 \cdot H_2SO_4$ и доводят водой до метки.

Примечание 3 — Данный реактив готовят непосредственно перед использованием, поскольку он нестабилен и должен быть использован в течение 4 ч. На каждое определение (включая холостой опыт) используют 50 $см^3$ реактива.

6.6 Стандартный исходный раствор фосфора (1,00 мг P/$см^3$)

Сушат 3 ч в сушильном шкафу при температуре от 105 °С до 110 °С (от 221 °F до 230 °F) приблизительно 5 г дигидрофосфата калия (KH_2PO_4). В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 150 $см^3$ измеренной градуированным цилиндром разбавленной серной кислоты (см. 6.8), вносят (4,393 ± 0,002) г сухого KH_2PO_4 и перемешивают до растворения. Доводят до метки водой.

6.7 Стандартный раствор фосфора (10,0 мкг P/$см^3$)

Переносят пипеткой 10 $см^3$ исходного стандартного раствора фосфора в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки водой.

6.8 Разбавленная серная кислота (1 часть H_2SO_4 и 10 частей воды)

(**Предупреждение** — Концентрированная серная кислота вызывает серьезные ожоги. Сильный окислитель.) (**Предупреждение** — В дополнение к другим предосторожностям при добавлении концентрированной серной кислоты к воде следует использовать маску для лица, резиновые перчатки и резиновый фартук.) В лабораторный стакан, содержащий 1 $дм^3$ воды и размещенный в бане с холодной водой, с помощью градуированного цилиндра медленно при непрерывном перемешивании добавляют 100 $см^3$ H_2SO_4 (относительная плотность — 1,84).

6.9 Оксид цинка

(**Предупреждение** — См. 6.8.) (**Предупреждение** — Высокая насыпная плотность оксида цинка может привести к распылению. Плотность приблизительно 0,5 г/$см^3$ была признана удовлетворительной.)

6.10 Образцы контроля качества (QC)

Образцы QC предпочтительно должны быть представительными стабильными образцами одного или нескольких анализируемых жидких нефтепродуктов. Образцы QC могут быть использованы для проверки достоверности результатов процедуры испытания (см. раздел 11).

7 Отбор проб

7.1 Отбор проб — по ASTM D 4057.

7.2 Используют таблицу 1 для выбора объема образца.

Таблица 1 — Объем образца в зависимости от содержания фосфора

Содержание фосфора, мг/дм^3	Содержание фосфора, г/американский галлон	Объем образца, см^3
2,5—40,0	0,01—0,15	1,00
1,3—20,0	0,005—0,075	2,00
0,9—13,0	0,0037—0,05	3,00
1,0 или менее	0,0038 или менее	10,0

Примечание 4 — При использовании образца объемом 10 см^3 сжигают аликвоту образца 2 см^3, используя 2 г оксида цинка; затем перед добавлением следующей аликвоты образца (бензина) 2 см^3 охлаждают остаток с оксидом цинка (см. примечание 6).

8 Калибровка

8.1 Готовят калибровочные растворы. Бюреткой или мерной пипеткой с одной отметкой переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3: 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 3.5 и 4,0 см^3 стандартного раствора фосфора (см. 6.7).

8.2 В каждую мерную колбу пипеткой добавляют 10 см^3 разбавленной серной кислоты (см. 6.8) и сразу перемешивают вращательными движениями.

8.3 Готовят достаточный объем реактива молибдата-гидразина с учетом количества анализируемых образцов.

8.4 Добавляют пипеткой по 50 см^3 реактива молибдата-гидразина в каждую мерную колбу и сразу перемешивают вращательными движениями.

8.5 Доводят раствор водой до метки.

8.6 Содержимое каждой колбы тщательно перемешивают и размещают колбы в баню, поддерживаемую при постоянной температуре, таким образом, чтобы уровень содержимого колб находился ниже уровня жидкости в бане. Поддерживают температуру бани от 82,2 °С до 87,8 °С (от 180 °F до 190 °F) в течение 25 мин (см. примечание 1).

8.7 Затем переносят колбы в охлаждающую баню и быстро охлаждают их содержимое до температуры окружающей среды. Не допускают охлаждения содержимого колб ниже температуры окружающей среды более чем на 2,8 °С (5 °F).

Примечание 5 — Для измерения температуры помещают химически чистый термометр в одну из колб.

8.8 После охлаждения содержимого колб до температуры окружающей среды их удаляют из охлаждающей водяной бани и выдерживают 10 мин при температуре окружающей среды.

8.9 Помещают раствор калибровочного стандарта, содержащий 2,0 см^3 фосфора, в кювету с длиной оптического пути 5 см и определяют длину волны в области примерно 820 нм, при которой наблюдается максимальное поглощение. Длина волны, соответствующая максимальному поглощению, не должна превышать 830 нм.

8.9.1 Используя фотоэлемент, чувствительный к красному цвету, и кювету с длиной оптического пути 5 см, заполненную дистиллированной водой, регулируют спектрофотометр на нулевое поглощение при длине волны, соответствующей максимальному поглощению. При использовании двухлучевого спектрофотометра помещают дистиллированную воду в обе кюветы. Используют длину волны, соответствующую максимальному поглощению, для определения показаний прибора и последующих показаний для образца.

8.9.2 Для определения более высокого содержания фосфора допускается использовать кюветы с длиной оптического пути 1 см.

8.10 Измеряют поглощение каждого калибровочного образца, включая холостой раствор (с содержанием стандартного раствора фосфора 0,0 см^3), при длине волны, соответствующей максимальному

поглощению с дистиллированной водой в кювете сравнения. Следует соблюдать осторожность, чтобы избежать возможного загрязнения. Если поглощение холостого раствора превышает 0,04 (для кюветы 5 см), выявляют источник загрязнения. При этом результаты признают недействительными и повторяют испытание со свежими реактивами в чистой стеклянной посуде.

8.11 Корректируют поглощение каждого калибровочного раствора, вычитая поглощения холостого раствора (с содержанием стандартного раствора фосфора 0,0 $см^3$).

8.12 Строят калибровочную кривую зависимости скорректированного поглощения для каждого калибровочного раствора от содержания фосфора (мкг). 1 $см^3$ калибровочного раствора фосфора содержит 10 мкг фосфора.

9 Проведение испытаний

9.1 Перед использованием очищают стеклянную посуду кислотой или с помощью процедуры, не предполагающей использования имеющихся в продаже моющих средств, содержащих щелочные фосфаты, которые сильно адсорбируются стеклянными поверхностями и не удаляются обычным промыванием. Желательно выделять стеклянную посуду, используемую только для определения фосфора.

9.2 Следует соблюдать обычные меры предосторожности: опрятность, аккуратность при работе и предотвращение загрязнения для того, чтобы получить удовлетворительную точность результатов испытаний при низких содержаниях фосфора.

9.3 Помещают (2,0 ± 0,2) г оксида цинка в виде горки в чистую сухую фарфоровую чашку для прокаливания, покрытую глазурью.

9.4 Делают углубление в центре насыпанного горкой оксида цинка подходящим стержнем (например, стержнем мешалки).

9.5 Переносят пипеткой рекомендуемый объем образца бензина (см. 7.2) в углубление в порошке оксида цинка (см. примечание 6). (**Предупреждение** — В дополнение к другим мерам предосторожности, чтобы избежать воспламенения, следует охладить чашку для прокаливания перед добавлением дополнительных аликвот бензина.) Записывают температуру топлива, если требуется содержание фосфора при 15,6 °С (60 °F), и корректируют, как указано в 10.2.

Примечание 6 — Образцы объемом 10 $см^3$ вводят шприцем за несколько приемов. Удерживая кончик иглы примерно на 2/3 глубины слоя оксида цинка, медленно вводят 2 $см^3$ образца; быстрая подача образца может привести к заниженным результатам. Оставляют на некоторое время, достаточное для поглощения бензина оксидом цинка, и следуют процедуре по 9.6. Затем охлаждают чашку до температуры окружающей среды. Повторяют процедуры по 9.5 и 9.8, пока весь объем образца не будет сожжен.

9.6 Засыпают поверхность образца небольшой порцией свежего оксида цинка из флакона для реактива (на кончике маленького шпателя, чтобы порция составляла приблизительно 0,2 г). Слегка постукивая по чашке для прокаливания, уплотняют оксид цинка.

9.7 Проводят холостой опыт, помещая такое же количество оксида цинка в чашку для прокаливания.

9.8 Поджигают бензин, используя пламя горелки Бунзена. Позволяют бензину полностью сгореть до затухания пламени (см. примечание 6).

9.9 Помещают на 10 мин чашки для прокаливания с образцом и холостой пробой в горячую муфельную печь с температурой от 621 °С до 704 °С (от 1150 °F до 1300 °F). Затем удаляют чашки для прокаливания из печи и охлаждают. После охлаждения осторожно постукивают по чашке для разрыхления оксида цинка. Снова помещают чашку на 5 мин в муфельную печь. Удаляют и охлаждают чашки для прокаливания до температуры окружающей среды. Этой обработки, как правило, достаточно для сжигания углерода. Если углерод сгорел не полностью, помещают чашку в печь на дополнительные периоды прокаливания по 5 мин.

Примечание 7 — Процедура по 9.9 может быть завершена нагреванием чашки для прокаливания горелкой Мейкера при постепенном увеличении интенсивности нагрева до полного сгорания углерода на стенках чашки, затем охлаждают чашку до температуры окружающей среды.

9.10 В каждую чашку для прокаливания добавляют пипеткой 25 $см^3$ разбавленной серной кислоты (см. 6.8), тщательно смывая серной кислотой из пипетки следы оксида цинка со стенок чашки.

9.11 Накрывают чашку для прокаливания часовым стеклом из боросиликатного стекла и нагревают чашку на горячей плитке до полного растворения оксида цинка.

9.12 Фильтруют раствор через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Ополаскивают часовое стекло и чашку несколькими порциями дистиллированной воды (не более 25 см^3) и фильтруют промывные воды через тот же фильтр в мерную колбу.

9.13 Готовят реактив молибдат-гидразин.

9.14 Пипеткой добавляют 50 см^3 реактива молибдата-гидразина в каждую мерную колбу вместимостью 100 см^3 и сразу перемешивают содержимое колбы круговыми движениями.

9.15 Доводят содержимое колбы водой до метки и тщательно перемешивают. После перемешивания удаляют пробки из колб.

9.16 Помещают мерные колбы вместимостью 100 см^3 на 25 мин в баню, поддерживаемую при постоянной температуре таким образом, чтобы содержимое колб было ниже уровня жидкости в бане. Температура бани должна быть от 82,2 °С до 87,8 °С (от 180 °F до 190 °F) (см. примечание 1).

9.17 Затем переносят колбы в охлаждающую баню и быстро охлаждают содержимое до температуры окружающей среды (см. приложение 5).

9.18 Перед измерением поглощения образцы выдерживают при температуре окружающей среды.

Примечание 8 — Проявившееся окрашивание устойчиво не менее 4 ч.

9.19 Устанавливают спектрофотометр на длину волны, соответствующую максимальному поглощению, определенному в 8.9. Используя дистиллированную воду, настраивают спектрофотометр на нулевое поглощение. При использовании двулучевого спектрофотометра дистиллированную воду помещают в обе кюветы.

9.20 Измеряют поглощение образцов при длине волны, соответствующей максимальному поглощению. При использовании двулучевого спектрофотометра измеряют поглощение образцов при длине волны, соответствующей максимальному поглощению, с дистиллированной водой в кювете сравнения.

9.21 Вычитают поглощение холостого опыта из поглощения каждого образца (см. 8.10).

9.22 Определяют содержание фосфора в образце (мкг) по калибровочной кривой из 8.12 со скорректированным поглощением.

10 Вычисления

10.1 Вычисляют содержание фосфора в образце Р, мг/дм^3, по формуле

$$\text{Р, мг/дм}^3 = \text{Р}/V, \quad (1)$$

где Р — содержание фосфора по калиброчной кривой, мкг;

V — объем образца бензина, см^3.

Для перевода содержания фосфора в образце в граммы на американский галлон умножают Р, мг/дм^3, на 0,0038.

10.2 Если образец бензина был отобран при температуре, отличающейся от 15,6 °С (60 °F), делают следующую поправку на температуру

$$\text{мг Р/дм}^3 \text{ при 15,6 °С} = [\text{мг Р/дм}^3 \text{ при } t][1 + 0{,}001\,(t - 15{,}6)], \quad (2)$$

где t — наблюдаемое значение температуры бензина, °С.

10.3 Содержание фосфора менее 2,5 мг/дм^3 записывают с точностью до 0,01 мг/дм^3; содержание фосфора менее 0,01 г/американский галлон записывают с точностью до 0,0001 г/американский галлон.

10.3.1 При более высоком содержании фосфора результаты записывают с точностью до 1 мг Р/дм^3 или 0,005 г Р/американский галлон.

11 Контроль качества

11.1 Подтверждают работу прибора или процедуры испытания, анализируя образец контроля качества (QC) (см. 6.10).

11.2 До контроля процесса измерения пользователь метода должен определить среднеарифметическое значение и контрольные пределы для QC-образца (см. ASTM D 6299 и ASTM MNL 7)[3)].

[3)] ASTM MNL 7 «Руководство по представлению результатов анализа с помощью контрольных карт», 6-е изд., можно получить в ASTM International Headquarters.

11.3 Записывают результаты QC-образца и анализируют с помощью контрольных карт или другими статистическими аналогичными способами для определения состояния статистического контроля процесса испытания (см. ASTM D 6299 и ASTM MNL 7)[4]. Появление неконтролируемых данных должно привести к исследованию их причин. Результаты этого исследования могут потребовать повторную калибровку прибора.

11.4 При отсутствии четких требований для настоящего метода частота испытания QC-образца зависит от критичности измеряемого параметра, стабильности процедуры испытания и требований потребителя. Как правило, QC-образец анализируют каждый день вместе с обычными образцами. Частота испытаний QC-образца увеличивается при анализе большого количества образцов. Если установлено, что испытание находится под статистическим контролем, частота испытаний QC-образца может быть уменьшена.

11.5 Рекомендуется, чтобы QC-образец, который регулярно контролируют, был представителем обычно анализируемого материала. В течение предполагаемого срока использования должен быть доступен достаточный запас материала образца QC, однородного и стабильного при хранении. Более подробные указания по контролю качества и применению контрольных карт приведены в ASTM D 6299 и ASTM MNL 7[4].

12 Прецизионность и смещение

12.1 Прецизионность настоящего метода была получена путем статистической обработки результатов межлабораторных исследований.

12.1.1 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 2, только в одном случае из 20.

Таблица 2 — Повторяемость

Содержание фосфора, мг/дм^3	Повторяемость
От 0,2 до 1,3 включ.	0,05
Св. 1,3 до 40,0 включ.	7 % от среднеарифметического значения

12.1.2 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 3, только в одном случае из 20.

Таблица 3 — Воспроизводимость

Содержание фосфора, мг/дм^3	Воспроизводимость
От 0,2 до 1,3 включ.	0,13
Св. 1,3 до 40 включ.	13 % от среднеарифметического значения

12.2 Смещение

Смещение настоящего метода не может быть определено, так как отсутствует соответствующий эталонный материал, содержащий известное количество фосфора в бензине.

[4] ASTM MNL 7 «Руководство по представлению результатов анализа с помощью контрольных карт», 6-е изд., можно получить в ASTM International Headquarters.

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 1193	—	*
ASTM D 4057	NEQ	ГОСТ 31873—2012 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
ASTM D 6299	—	*
ASTM E 832	—	*

* 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 стандартов:
- NEQ — неэквивалентный стандарт.

УДК 665.73+543.272.42:006.354 МКС 75.080

Ключевые слова: бензин, определение содержания фосфора

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

Сдано в набор 15.08.2019. Подписано в печать 27.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05.

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.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru