ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51942— 2019

БЕНЗИНЫ

Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Российский научно-технический центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия» (ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2019 г. № 1234-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д3237—17 «Стандартный метод определения свинца в бензине атомно-абсорбционной спектроскопией» (ASTM D3237—17 «Standard test method for lead in gasoline by atomic absorption spectroscopy», IDT).

Стандарт разработан подкомитетом D02.03 «Элементный анализ» комитета D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы» Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта АСТМ Для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

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

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р 51942—2010

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2019

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 метода 2
4 Назначение и применение 2
5 Аппаратура 2
6 Реактивы 2
7 Отбор проб 3
8 Калибровка 4
9 Проведение испытаний 4
10 Вычисления 4
11 Контроль качества 4
12 Прецизионность и смещение 5
Приложение Х1 (справочное) Проведение контроля качества 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ национальным и межгосударственным стандартам 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕНЗИНЫ

Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Gasolines. Determination of lead by atomic absorption spectrometry method

Дата введения — 2020—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает определение общего содержания свинца в диапазоне концентраций от 2,5 до 25,0 мг/дм^3 (от 0,01 до 0,10 г/галлон) в бензине любого состава независимо от типа алкилата свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии.

1.2 Значения, приведенные в граммах на галлон, рассматривают как стандартные в США. В других странах в качестве стандартных используют другие единицы измерения.

1.3 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, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Специальные указания по технике безопасности приведены в 6.6 и 6.8.

1.4 Стандарт АСТМ Д3237, на основе которого подготовлен настоящий стандарт, был разработан в соответствии с признанными на международном уровне принципами стандартизации, установленными в «Решении о принципах разработки международных стандартов, руководства и рекомендации», изданном Комитетом по техническим барьерам в торговле (ТВТ) Всемирной торговой организации.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения к нему)]:

2.1 Стандарты АСТМ[1)]

ASTM D1193, Standard specification for reagent water (Стандартная спецификация на реактив воду)

ASTM D1368, Standard test method for trace concentrations of lead in primary reference fuels (Стандартный метод определения следовых концентраций свинца в первичных эталонных топливах)[2)]

ASTM D2550—85, Standard test method for water separation characteristics of aviation turbine fuels (Стандартный метод определения характеристик отделения воды от авиационных турбинных топлив)[3)]

ASTM D3116, Standard test method for trace amounts of lead in gasoline (Стандартный метод определения следовых количеств свинца в бензине)[2)]

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

[2)] Отменен в 1994 г. Последняя утвержденная версия данного стандарта упоминается на сайте gost.e-ecolog.ru

[3)] Отменен в 1989 г. Последняя утвержденная версия данного стандарта упоминается на сайте gost.e-ecolog.ru

Издание официальное

ASTM D4057, Standard practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Стандартная практика по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D4177, Standard practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Стандартная практика по автоматическому отбору проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D6299, Standard practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Стандартная практика по применению статистических приемов обеспечения качества и контрольных диаграмм для оценки работы аналитической измерительной системы)

ASTM D6792, Standard practice for quality management systems in petroleum products, liquid fuels, and lubricants testing laboratories (Стандартная практика по системам менеджмента качества в лабораториях по испытаниям нефтепродуктов, жидких топлив и смазочных материалов)

ASTM D7740, Standard practice for optimization, calibration, and validation of atomic absorption spectrometry for metal analysis of petroleum products and lubricants (Стандартная практика по оптимизации, калибровке и валидации атомно-абсорбционных спектрометров для анализа металлов в нефтепродуктах и смазочных материалах)

3 Сущность метода

3.1 Пробу бензина разбавляют метилизобутилкетоном и обрабатывают йодом и солью четвертичного аммония. Содержание свинца в пробе определяют методом атомно-абсорбционной пламенной спектрометрии при длине волны 283,3 нм, используя стандарты, приготовленные из хлорида свинца квалификации х. ч. При применении такой обработки все алкильные производные свинца дают идентичный сигнал.

3.2 Инструкции по использованию атомно-абсорбционной спектрометрии приведены в АСТМ Д7740.

4 Назначение и применение

4.1 Настоящий метод испытаний применяют для определения следовых количеств свинца в неэтилированных бензинах в целях обеспечения их соответствия нормативным требованиям.

5 Аппаратура

5.1 Атомно-абсорбционный спектрометр с расширением масштаба спектра и регулированием распылителя, оснащенный щелевой горелкой и камерой предварительного перемешивания для использования воздушно-ацетиленового пламени.

5.2 Мерные колбы вместимостью 50, 100, 250 $см^3$ и 1 $дм^3$.

5.3 Пипетки вместимостью 2, 5, 10, 20 и 50 $см^3$.

5.4 Микропипетки Эппендорфа вместимостью 100 мкл или аналогичные.

6 Реактивы

6.1 Чистота реактивов

Во всех испытаниях используют реактивы квалификации х. ч. Если нет других указаний, реактивы должны соответствовать спецификациям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества (ACS)[1)]. Допускается использовать реактивы, соответствующие другим спецификациям, при условии, что они не снижают точность определения.

6.2 Чистота воды

Если нет других указаний, используют воду класса II или III по ASTM D1193.

[1)] Химические реактивы, спецификации Американского химического общества, Американское химическое общество, Washington, DC. По испытаниям реактивов, не включенных в список Американского химического общества, следует обращаться в Analar Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

6.3 Аликват 336 (трикаприлметиламмония хлорид)

6.4 Раствор Аликвата 336 в метилизобутилкетоне (МИБК), 10 % об.

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 100 см^3 (88,0 г) Аликвата 336, растворяют и доводят МИБК до 1 дм^3.

6.5 Раствор Аликвата 336 в МИБК, 1 % об.

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 10 см^3 (8,8 г) Аликвата 336 растворяют и доводят МИБК до 1 дм^3.

6.6 Раствор йода

В мерной колбе вместимостью 100 см^3 растворяют в толуоле 3,0 г кристаллов йода и доводят толуолом до 100 см^3 (**Предупреждение** — Огнеопасен. Пары вредны).

6.7 Хлорид свинца ($PbCl_2$)

6.8 Бензин, не содержащий свинец

Бензин, содержащий менее 1,32 мг/дм^3 свинца (0,005 г/галлон) (**Предупреждение** — Чрезвычайно огнеопасен. Вреден при вдыхании. Пары могут воспламеняться).

Примечание 1 — Для подтверждения концентраций свинца менее 1,32 мг/дм^3 (0,005 г/галлон) используют методы по АСТМ Д1368 и АСТМ Д3116. Для получения бензина, не содержащего свинца, из бензина с низким содержанием свинца можно использовать метод очистки газотурбинного топлива, приведенный в АСТМ Д2550—85 (приложение Х4), позволяющий снизить концентрацию свинца.

6.9 Стандартный раствор свинца концентрацией 1,32 г Pb/дм^3 (5,0 г Pb/галлон)

В мерной колбе вместимостью 250 см^3 растворяют 0,4433 г хлорида свинца ($PbCl_2$), предварительно высушенного при температуре 105 °С в течение 3 ч, в примерно 200 см^3 10 %-ного раствора Аликвата 336 в МИБК. Доводят раствор до метки 10 %-ным раствором Аликвата 336, перемешивают и хранят в бутылке из коричневого стекла с пробкой с полиэтиленовым покрытием. Такой раствор содержит 1321 мкг Pb/см^3, что эквивалентно 5,0 г Pb/галлон.

6.10 Стандартный раствор свинца концентрацией 264 мг Pb/дм^3 (1,0 г Pb/галлон)

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 пипеткой помещают точно 50,0 см^3 раствора свинца концентрацией 1,32 г Pb/дм^3 (5,0 г Pb/галлон), доводят до метки раствором 1 %-ного Аликвата 336 в МИБК и хранят в бутылке из коричневого стекла с пробкой с полиэтиленовым покрытием.

6.11 Стандартные растворы свинца концентрацией 5,3, 13,2 и 26,4 мг Pb/дм^3 (0,02, 0,05 и 0,10 г Pb/галлон)

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая пипетками точно помещают 2,0, 5,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора свинца концентрацией 264 мг Pb/дм^3 (1,0 г Pb/галлон), добавляют в каждую колбу по 5,0 см^3 1 %-ного раствора Аликвата 336 в МИБК, доводят до метки МИБК и хорошо перемешивают. Раствор хранят в бутылках с пробками с полиэтиленовым покрытием.

6.12 Метилизобутилкетон (МИБК) — 4-метил-2-пентанон.

6.13 Образцы контроля качества (QC)

Образцы QC, представляющие собой пробы одного или более жидких нефтепродуктов, являющиеся стабильными и представительными для испытуемых образцов. Образцы QC можно использовать для контроля процесса испытаний, как описано в разделе 11.

7 Отбор проб

7.1 Отбор проб — по АСТМ Д4057 или АСТМ Д4177, или по национальным стандартам на отбор проб нефтепродуктов.

7.2 Пробу отбирают в герметичный металлический контейнер и до испытаний хранят при постоянной температуре.

8 Калибровка

8.1 Приготовление рабочих стандартов

Готовят три рабочих стандарта и холостую пробу, используя стандартные растворы свинца концентрацией 5,3; 13,2 и 26,4 мг Pb/дм^3 (0,02; 0,05 и 0,10 г Pb/галлон) по 6.11.

8.1.1 В каждую из четырех мерных колб вместимостью 50 см^3, содержащую по 30 см^3 МИБК, добавляют 5,0 см^3 стандартного раствора с низким содержанием свинца (5,3; 13,2 и 26,4 мг Pb/дм^3) и 5,0 см^3 бензина, не содержащего свинец. Для холостой пробы вводят только 5,0 см^3 бензина, не содержащего свинец.

8.1.2 Сразу же микропипеткой Эппендорфа вместимостью 100 мкл вводят в каждую колбу 0,1 см^3 раствора йода в толуоле. Тщательно перемешивают и выдерживают в течение 1 мин.

8.1.3 Добавляют в каждую колбу 5 см^3 1 %-ного раствора Аликвата 336 в МИБК. Доводят до метки МИБК и хорошо перемешивают содержимое колб.

8.2 Подготовка атомно-абсорбционного спектрометра

Оптимизируют работу атомно-абсорбционного спектрометра для определения свинца при длине волны 283,3 нм. Используя холостую пробу, регулируют газовую смесь и скорость ввода пробы (всасывания) для получения обедненного топливом окислительного пламени светло-голубого цвета.

8.2.1 Вводят рабочий стандарт, полученный из стандартного раствора свинца концентрацией 26,4 мг Pb/дм^3 (0,1 г Pb/галлон), и регулируют положение горелки для обеспечения максимального отклика. Некоторые аппараты требуют расширения шкалы для регистрации поглощения от 0,150 до 0,170 для данного рабочего стандарта.

8.2.2 Вводят холостую пробу для установления нуля спектрометра и определяют оптические плотности трех рабочих стандартов для проверки линейности сигнала.

9 Проведение испытаний

9.1 В мерную колбу вместимостью 50 см^3, содержащую 30 см^3 МИБК, добавляют 5,0 см^3 пробы бензина и перемешивают.

9.1.1 Добавляют пипеткой 0,10 см^3 (100 мкл) раствора йода в толуоле и выдерживают смесь в течение 1 мин.

9.1.2 Добавляют 5,0 см^3 раствора 1 %-ного Аликвата 336 в МИБК и перемешивают.

9.1.3 Доводят раствор до метки МИБК и перемешивают.

9.2 Вводят пробы и рабочие стандарты и регистрируют значения поглощения с частыми проверками нулевого значения спектрометра.

10 Вычисления

10.1 Строят график зависимости значений поглощения от концентрации свинца в рабочих стандартах, а затем по графику вычисляют концентрацию свинца в пробах.

Примечание — За отсутствие принимают концентрацию свинца менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (см. 1.1).

10.2 Если атомно-абсорбционный спектрометр имеет встроенное компьютерное программное обеспечение, его можно использовать для вычислений.

11 Контроль качества

11.1 Подтверждают рабочие характеристики спектрометра или правильность выполнения методики испытаний, анализируя образец QC (см. 6.13).

11.1.1 При наличии в лаборатории протоколов контроля качества (QC)/обеспечения качества (QA) такой контроль можно использовать для подтверждения надежности результатов испытаний.

11.1.2 При отсутствии в лаборатории протокола QC/QA можно использовать приложение X1 в качестве системы QC/QA.

Примечание 2 — Дополнительные указания по QC/QA приведены в АСТМ Д6792.

12 Прецизионность и смещение

12.1 Прецизионность

Показатели прецизионности настоящего метода испытания, полученные статистическим исследованием результатов межлабораторных испытаний, следующие.

12.1.1 Повторяемость

Расхождение результатов двух последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором с использованием одной и той же аппаратуры при постоянных условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний, превысит 1,3 мг/дм^3 (0,005 г/галлон) только в одном случае из двадцати.

12.1.2 Воспроизводимость

Расхождение двух единичных и независимых результатов испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном применении настоящего метода испытаний, превысит 2,6 мг/дм^3 (0,01 г/галлон) только в одном случае из двадцати.

12.2 Смещение

Смещение настоящего метода испытания было определено по результатам испытаний, полученным в двух отдельных лабораториях, при анализе сертифицированных стандартных образцов (см. таблицу 1).

Таблица 1 — Смещение метода испытаний

В граммах на галлон

Обозначение пробы	Сертифицированное значение концентрации свинца	Результат испытания	
		Лаборатория 1	Лаборатория 2
SRM2712	0,031	0,032; 0,033	0,034; 0,033
SRM2713	0,052	0,051; 0,054	0,050; 0,051
SRM2714	0,075	0,077; 0,079	—

Полученные значения находятся в пределах повторяемости метода испытания и свидетельствуют об отсутствии смещения[1)].

[1)] Подтверждающие данные хранятся в штаб-квартире АСТМ и могут быть получены по запросу исследовательского отчета RR:D02-1376. Следует обращаться в службу поддержки клиентов АСТМ по адресу электронной почты

gost.e-ecolog.ru

Приложение Х1
(справочное)

Проведение контроля качества

Х1.1 Подтверждают рабочие характеристики спектрометра или правильность выполнения методики испытаний, анализируя образец(ы) QC.

Х1.2 Перед проведением контроля процесса испытаний пользователь метода должен определить среднее значение и контрольные пределы образца QC (см. АСТМ Д6299)[1)].

Х1.3 Регистрируют результаты испытаний образцов QC и проводят анализ контрольных карт или других статистически эквивалентных процедур для контроля процесса проведения испытаний (см. АСТМ Д6299)[1), 2)]. Исследуют основные причины появления недостоверных данных. Результаты данного исследования могут привести к повторной калибровке прибора.

Х1.4 Периодичность проведения проверки QC зависит от критичности качества измерений, стабильности процесса испытаний и требований потребителя. Обычно образец QC анализируют каждый день при проведении испытаний обычных проб. Периодичность QC следует увеличить, если анализируют большое число рабочих проб. Если установлено, что процесс испытаний находится под статистическим контролем, периодичность проведения QC можно уменьшить. Показатели прецизионности, полученные при анализе образцов QC, следует периодически контролировать на соответствие показателям прецизионности метода для обеспечения качества получаемых результатов (см. АСТМ Д6299)[1)].

Х1.5 По возможности рекомендуется, чтобы регулярно испытуемые образцы QC были представительными по отношению к обычно анализируемым пробам. Образцы QC должны быть представлены в достаточном количестве на период проведения испытаний, быть однородными и стабильными в предполагаемых условиях хранения.

Х1.6 См. сноски[1), 2)] для дальнейших указаний об образцах QC и методах использования контрольных карт.

[1)] АСТМ МНЛ 7 Руководство по представлению данных анализа с помощью контрольных карт, 6-е издание, раздел 3, ASTM International, W. Conshohocken, PA.

[2)] При отсутствии подробных требований, представленных в методе испытаний, следует руководствоваться указаниями данного пункта по частоте проведения QC.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ национальным и межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального, межгосударственного стандарта
ASTM D1193	—	*
ASTM D1368	—	*
ASTM D2550—85	—	*
ASTM D3116	—	*
ASTM D4057	NEQ	ГОСТ 31873—2012 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
ASTM D4177	—	*
ASTM D6299	—	*
ASTM D6792	—	*
ASTM D7740	—	*

* Соответствующий национальный, 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 — неэквивалентные стандарты.

УДК 665.733:546.819:543.421:006.354 МКС 75.160.20 IDT

Ключевые слова: бензины, определение свинца, атомно-абсорбционная спектрометрия

БЗ 12—2019/37

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 29.11.2019. Подписано в печать 25.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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 gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru