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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32514— 2023

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ

Фотоколориметрический метод определения железа

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

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 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 мая 2023 г. № 162-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 июля 2023 г. № 499-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32514—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2024 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 32514—2013

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»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

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

Поправка к ГОСТ 32514—2023 Бензины автомобильные. Фотоколориметрический метод определения железа

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 12 2023 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ

Фотоколориметрический метод определения железа

Automotive gasolines. Photocolorimetric method of iron determination

Дата введения — 2024—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на автомобильные бензины (далее — бензин), содержащие присадки и/или добавки ферроценового типа.

1.2 Настоящий стандарт в зависимости от состава присадок и/или добавок устанавливает три метода фотоколориметрического определения массовой концентрации железа в диапазоне от 10 до 100 мг/дм^3:

- метод А — определение массовой концентрации железа в бензине, содержащем ферроценовую присадку и не содержащем добавок аминного типа (АДА, ММА, экстралин и др.);
- метод Б — определение массовой концентрации железа в бензине, содержащем добавку типа Феррада МАФ-К (ферроцены, ММА);
- метод В — определение массовой концентрации железа в бензине, содержащем добавку МАФ-А (ферроцены, ММА, МТБЭ).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31873 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстрагировании из бензина и минерализации железосодержащей присадки смесью серной кислоты и пероксида водорода и последующем фотоколориметрическом определении железа в виде комплекса с сульфосалициловой кислотой.

4 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873.

5 Аппаратура и средства измерения

5.1 Спектрофотометр или фотоколориметр, позволяющий проводить измерения оптической плотности в области длин волн (400 ± 20) нм с допускаемой абсолютной погрешностью измерения спектрального коэффициента пропускания не более 1 %.

5.2 Весы специального класса (I) точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления, не превышающей 0,0001 г.

Примечание — Для подтверждения указанных характеристик весов и обеспечения процедуры взвешивания с погрешностью не более 0,0002 г необходимо проведение калибровки весов в условиях эксплуатации.

5.3 Плитка электрическая или баня песчаная.

5.4 Шкаф сушильный.

5.5 Колбы конические вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.6 Пипетки 1-2-2-1, 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227.

5.7 Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

5.8 Цилиндры мерные вместимостью 25, 50 $см^3$ по ГОСТ 1770.

5.9 Кюветы для фотоколориметра с длиной оптического пути 30 мм.

5.10 Воронка делительная вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.11 Стакан вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.12 Допускается использовать лабораторную посуду, аппаратуру, средства измерения (СИ), отличные от указанных, с характеристиками не хуже установленных настоящим стандартом, и обеспечивающие получение достоверных результатов определения.

6 Реактивы и материалы

6.1 Следует использовать химические реактивы квалификации, не ниже указанной в настоящем разделе.

Примечание — Допускается использовать реактивы квалификации ниже указанной, при условии получения достоверных результатов определения.

6.2 Кислота щавелевая квалификации ч. д. а.

6.3 Натрий хлористый квалификации х. ч.

6.4 Спирт этиловый ректификованный.

6.5 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, pH = 5,4—6,6.

6.6 Калий двухромовокислый квалификации ч. д. а.

6.7 Кислота серная квалификации х. ч.

6.8 Смесь хромовая (раствор двухромовокислого калия с массовой долей 5 % в серной кислоте), приготовленная по ГОСТ 4517.

6.9 Раствор серной кислоты в дистиллированной воде в соотношении 1:4 (по объему).

6.10 Кислота соляная квалификации х. ч.

6.11 Кислота азотная квалификации х. ч.

6.12 Кислота сульфосалициловая, квалификации ч. д. а., 10 %-ный раствор, приготовленный по ГОСТ 4517.

6.13 Пероксид водорода 30—35 %-ный раствор.

6.14 Аммиак водный квалификации х. ч.

6.15 Железо, ос. ч., или квасцы железоаммонийные квалификации ч. д. а., или соль Мора квалификации ч. д. а.

Примечание — Допускается использовать государственные стандартные образцы состава раствора ионов железа (III).

6.16 Фильтры обеззоленные бумажные.

7 Подготовка к проведению испытания

7.1 Обрабатывают хромовой смесью стеклянную лабораторную посуду, используемую для испытаний, промывают горячей водопроводной водой, затем дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу.

7.2 Подготавливают спектрофотометр или фотоколориметр согласно инструкции изготовителя и устанавливают на длину световой волны в диапазоне (420 ± 20) нм, соответствующую максимуму поглощения для исследуемых растворов. Последующие измерения при построении градуировочного графика (7.7.3) и проведении испытаний (8.1.5) выполняют для заданной настройки.

7.3 Промывают кюветы для фотоколориметра или спектрофотометра с длиной оптического пути 30 мм дистиллированной водой, затем этиловым спиртом и сушат на воздухе. Заполняют кюветы дистиллированной водой и измеряют оптическую плотность относительно воздуха.

7.4 Две кюветы считают пригодными для работы в паре, если разность измеряемых значений оптической плотности не превышает 0,02.

7.5 Промывают дистиллированной водой кюветы для проведения последующих измерений, затем этиловым спиртом или исследуемым раствором.

7.6 Приготовление растворов железа

7.6.1 Приготовление раствора А

7.6.1.1 Помещают (0,1000 ± 0,0001) г железа (6.15) и 20 см^3 раствора серной кислоты (6.9) в стакан вместимостью 100 см^3.

7.6.1.2 Растворяют железо в растворе серной кислоты при слабом нагревании на электрической плитке или песчаной бане.

7.6.1.3 Приливают к раствору 5 см^3 соляной кислоты (6.10), затем 3—5 см^3 азотной кислоты (6.11) и охлаждают до температуры окружающей среды.

7.6.1.4 Количественно переносят стандартный раствор железа в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

7.6.1.5 В 1 см^3 полученного раствора А содержится 0,1 мг железа.

7.6.1.6 Раствор А хранят в течение одной недели.

7.6.2 Приготовление раствора А из солей железа

7.6.2.1 Помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в дистиллированной воде 0,8640 г железоаммонийных квасцов или 0,7021 г свежеперекристаллизованной соли Мора (в пересчете на 100 %-ный реактив).

7.6.2.2 Подкисляют раствор 5 см^3 концентрированной серной кислоты, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

7.6.2.3 В 1 см^3 полученного раствора А содержится 0,1 мг железа.

7.6.2.4 Раствор А хранят в течение одной недели.

7.6.3 Приготовление раствора Б

7.6.3.1 Помещают 10 см^3 раствора А, приготовленного по 7.6.1 или 7.6.2, в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

7.6.3.2 В 1 см^3 раствора Б содержится 0,01 мг железа.

7.6.3.3 Готовят раствор Б непосредственно перед проведением градуировки спектрофотометра или фотоколориметра.

7.7 Построение градуировочного графика

7.7.1 Помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 15,0; 20,0 $см^3$ раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09; 0,10; 0,15; 0,20 мг железа в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$.

7.7.2 Приливают по 10 $см^3$ 10 %-ного раствора сульфосалициловой кислоты в каждую колбу, затем раствор концентрированного аммиака до получения устойчивой желтой окраски, после чего добавляют небольшой избыток аммиака 1—2 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают до окончания выделения пузырьков газа.

7.7.3 Измеряют оптическую плотность приготовленных градуировочных растворов при длине волны (420 ± 20) нм на фотоколориметре в кюветах с длиной оптического пути 30 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

7.7.4 За оптическую плотность раствора принимают среднее арифметическое значение двух последовательных измерений, расхождение между которыми не превышает значение, указанное в таблице 1.

Таблица 1 — Допускаемые расхождения значений оптической плотности, полученных для двух последовательных измерений

Значение оптической плотности	Допускаемое расхождение значений оптической плотности
0—0,1	0,003
0,1—0,2	0,01
0,2—0,4	0,02
0,4—0,6	0,04
0,6—0,8	0,06
0,8—1,0	0,08

7.7.5 Строят на основании полученных результатов градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массы железа в растворах в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

7.7.6 При подтверждении стабильности градуировочной характеристики допускается проведение процедур по 7.7.1—7.7.5 один раз в месяц.

7.8 Приготовление экстрагирующего раствора (экстрагента)

7.8.1 Помещают приблизительно 50 $см^3$ дистиллированной воды в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 17 $см^3$ серной кислоты, охлаждают до температуры окружающей среды, добавляют 11,5 $см^3$ 30—35 %-ного пероксида водорода, перемешивают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

7.8.2 В 1 $дм^3$ экстрагирующего раствора (экстрагента) содержится 3 моля серной кислоты и 1 моль пероксида водорода.

7.8.3 Срок хранения экстрагирующего раствора — не более одной недели со дня приготовления.

8 Проведение испытания

8.1 Метод А

8.1.1 Фильтруют 20 $см^3$ образца исследуемого бензина через бумажный фильтр.

8.1.2 Наливают 10 $см^3$ экстрагента в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ и пипеткой, в соответствии с таблицей 2, вносят профильтрованный образец бензина.

Таблица 2 — Объем образца бензина, используемый для испытания

Предполагаемая концентрация железа, мг/дм^3	Объем пробы бензина, см^3
До 15 включ.	4,0
От 15 до 25 включ.	2,0
От 25 до 60 включ.	1,0
Св. 60	0,5

8.1.3 Осторожно нагревают колбу на электрической плитке или песчаной бане, перемешивают жидкость легким встряхиванием, не допуская бурного вскипания и разбрызгивания. Периодически добавляют небольшие порции дистиллированной воды (2—3 см^3), поддерживая слабое кипение до полного удаления бензинового слоя. При этом железо переходит в нижний слой — экстракт.

8.1.4 Охлаждают экстракт и переносят количественно из конической в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Прибавляют 10 см^3 10 %-ного раствора сульфосалициловой кислоты, затем, не допуская перегрева, порциями по 2—3 см^3 концентрированный раствор аммиака до получения устойчивой желтой окраски, затем добавляют небольшой избыток аммиака (1—2 см^3) и охлаждают раствор до температуры окружающей среды, обеспечивая выход пузырьков газа. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают и выдерживают 10—15 мин.

8.1.5 Определяют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре или на фотоколориметре при длине световой волны (420 ± 20) нм в кюветах с длиной оптического пути 30 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

8.2 Метод Б

8.2.1 Помещают 25 см^3 исследуемого бензина в делительную воронку и промывают 5—6 раз в течение 2—3 мин порциями по 25 см^3 раствора 1 %-ной щавелевой кислоты, приготовленного по ГОСТ 4517, затем один раз — дистиллированной водой.

8.2.2 Наливают из мерного цилиндра в коническую колбу вместимостью 100 см^3 10 см^3 экстрагента и пипеткой, в соответствии с таблицей 2, вносят образец промытого бензина.

8.2.3 Далее испытание проводят по 8.1.3—8.1.5.

8.3 Метод В

8.3.1 Помещают в делительную воронку 25 см^3 исследуемого бензина и промывают 5—6 раз в течение 2—3 мин порциями по 25 см^3 насыщенного раствора NaCl, содержащего 1 % масс. щавелевой кислоты, затем один раз — дистиллированной водой.

8.3.2 Наливают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 10 см^3 экстрагента и пипеткой, в соответствии с таблицей 2, вносят образец промытого бензина.

8.3.3 Далее испытание проводят по 8.1.3—8.1.5.

9 Обработка результатов испытания

9.1 Вычисляют массовую концентрацию железа в бензине C, мг/дм^3, по формуле

$$C = \frac{m}{V} \cdot 1000, \qquad (1)$$

где m — масса железа в колориметрируемом растворе, определенная по градуировочному графику, мг;

V — объем испытуемого образца бензина, см^3.

9.2 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух последовательных определений (двух единичных результатов), округленное до целого числа.

9.3 За отсутствие принимают концентрацию железа менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (см. 1.2).

10 Прецизионность

10.1 Повторяемость

Абсолютное значение разности двух единичных результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости с доверительной вероятностью 95 %, должно быть не более 3 мг/дм^3.

10.2 Воспроизводимость

Абсолютное значение разности двух результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости с доверительной вероятностью 95 %, должно быть не более 5 мг/дм^3.

УДК 665.733.5:543.48:006.354 МКС 75.160.20

Ключевые слова: бензины автомобильные, фотоколориметрический метод определения железа

Редактор *Е.В. Якубова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 12.07.2023. Подписано в печать 17.07.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 32514—2023 Бензины автомобильные. Фотоколориметрический метод определения железа

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 12 2023 г.)

gost.e-ecolog.ru