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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32350— 2024

БЕНЗИНЫ

Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

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 Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «Институт стандартизации»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 21 июня 2024 г. № 65-2024)

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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 июля 2024 г. № 908-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32350—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2025 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту ASTM D3237-22 «Стандартный метод определения свинца в бензине атомно-абсорбционной спектроскопией» («Standard test method for lead in gasoline by atomic absorption spectroscopy», MOD) путем исключения отдельных фраз, внесистемных единиц измерения, включения дополнительных положений, фраз, слов, ссылок, приложения Б, библиографических данных, которые выделены в тексте курсивом, а также изменения его структуры.

Стандарт ASTM разработан подкомитетом D02.03 «Элементный анализ» Технического комитета ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы».

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

Результаты оценки смещения метода испытания приведены в дополнительном приложении ДА.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного стандарта ASTM приведено в дополнительном приложении ДБ

6 ВЗАМЕН ГОСТ 32350—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», 2024

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 32350—2024 Бензины. Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан	AZ	Азстандарт

(ИУС № 12 2025 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

Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Gasolines. Determination of lead by method of atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2025—07—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает определение содержания свинца в диапазоне концентраций от 2,5 до 25,0 мг/дм^3 в бензинах любого состава, независимо от типа алкильных производных свинца, методом атомно-абсорбционной спектрометрии.

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 31873 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ 34690 Вода для лабораторного анализа. Технические требования[*]

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

*ГОСТ ISO 3170 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб**

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 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.

[*] Не действует в Российской Федерации.

[**] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

3 Сущность метода

Разбавляют образец бензина метилизобутилкетоном (МИБК), обрабатывают йодом и Аликватом 336. Содержание свинца в образце определяют методом атомно-абсорбционной пламенной спектрометрии при длине волны 283,3 нм, используя градуировочные растворы, приготовленные из хлорида свинца. При проведении указанной обработки абсорбционные сигналы свинца не зависят от состава его алкильных производных и являются идентичными.

4 Аппаратура

4.1 Атомно-абсорбционный спектрометр, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 283,3 нм и регулирование распылителем скорости подачи растворов в пламя, снабженный щелевой горелкой и камерой предварительного смешения аэрозоля пробы и газов для использования воздушно-ацетиленового пламени, *пригодный для работы с органическими растворами*.

4.2 Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250 см^3 и 1 дм^3 *по ГОСТ 1770*.

4.3 Пипетки вместимостью 2; 5; 10 и 50 см^3.

4.4 Микропипетки вместимостью 100 мм^3.

4.5 Шкаф сушильный или термостат, обеспечивающие нагрев и поддержание температуры не ниже 105 °С.

4.6 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 может потребоваться проведение дополнительной калибровки весов в условиях эксплуатации.

4.7 Секундомер.

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

5 Реактивы *и материалы*

5.1 Чистота реактивов

При проведении испытания необходимо использовать реактивы квалификации х. ч.

Примечание — Допускается использовать реактивы квалификации, отличной от указанной, при условии, что они не снижают точность определения.

5.2 Чистота воды

Если нет других указаний, используют воду типа II или III по *ГОСТ 34690 (см. также [1])*.

Допускается использовать воду, отличную от воды типа II или III, при условии подтверждения того, что степень чистоты используемой воды не снижает точность определения.

Примечание — Степень чистоты воды может быть обеспечена, применением соответствующего оборудования.

5.3 Трикаприлметиламмония хлорид (Аликват 336).

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

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

5.5 Раствор Аликвата 336 в МИБК, 1 % об.

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

5.6 МИБК (метилизобутилкетон) — 4-метил-2-пентанон.

5.7 Раствор йода

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 3,0 г кристаллов йода и доводят объем толуолом до номинальной вместимости мерной колбы.

5.8 Йод кристаллический.

5.9 Толуол.

5.10 Хлорид свинца ($PbCl_2$).

5.11 Бензин, не содержащий свинец

Используют бензин, содержащий менее 1,32 мг/дм^3 свинца.

Примечание — Допускается использовать стандартные образцы утвержденного типа состава или свойств бензина с содержанием свинца менее 1,32 мг/дм^3.

5.12 Стандартный раствор свинца 1,32 г Pb/дм^3

В мерной колбе вместимостью 250 см^3 растворяют 0,4433 г хлорида свинца ($PbCl_2$), предварительно высушенного в сушильном шкафу или термостате при температуре 105 °С в течение 3 ч, в 200 см^3 10 %-ного раствора Аликвата 336 в МИБК. Разбавляют до номинальной вместимости колбы 10 %-ным раствором Аликвата 336, перемешивают и хранят в бутылке из темного стекла с пробкой, имеющей полиэтиленовую прокладку или покрытие. Такой раствор содержит 1,32 г/дм^3 свинца.

5.13 Стандартный раствор свинца 264 мг Pb/дм^3

Помещают пипеткой 50 см^3 раствора 1,32 г Pb/дм^3 в мерную колбу вместимостью 250 см^3, разбавляют до номинальной вместимости колбы раствором 1 %-ного Аликвата 336 в МИБК. Хранят в бутылке из темного стекла с пробкой, имеющей полиэтиленовую прокладку или покрытие.

5.14 Стандартные растворы свинца 5,3, 13,2 и 26,4 мг Pb/дм^3

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая пипетками вместимостью 2, 5 и 10 см^3 помещают указанные количества стандартного раствора свинца 264 мг Pb/дм^3, добавляют в каждую колбу 5,0 см^3 1 %-ного раствора Аликвата 336 в МИБК, доводят объем МИБК до номинальной вместимости колбы, хорошо перемешивают и хранят в бутылках из темного стекла с пробками, имеющими полиэтиленовую прокладку или покрытие.

5.15 Образцы для контроля качества (образцы QC)

Представляют собой один или более образцов бензина, которые являются стабильными и представительными в отношении испытуемых проб. Образцы QC могут быть использованы, как описано в разделе *10*.

5.16 При проведении испытания целесообразно использовать свежеприготовленные растворы. Срок хранения растворов зависит от условий хранения и используемых реактивов.

6 Отбор проб

Отбор проб проводят по *ГОСТ 2517, или ГОСТ 31873, или ГОСТ ISO 3170.*

7 Подготовка к проведению испытания

7.1 Приготовление трех градуировочных растворов и холостой пробы

Готовят три градуировочных раствора и холостую пробу, используя стандартные растворы свинца: 5,3; 13,2 и 26,4 мг Pb/дм^3.

7.1.1 В каждую из четырех мерных колб вместимостью 50 см^3, содержащих по 30 см^3 МИБК, вводят по 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.

7.1.2 Микропипеткой вводят в каждую колбу по 0,1 см^3 раствора йода в толуоле. Тщательно перемешивают и выдерживают в течение 1 мин.

7.1.3 Затем вводят в каждую колбу по 5,0 см^3 1 %-ного раствора Аликвата 336 в МИБК. Доводят МИБК объем до номинальной вместимости колб и хорошо перемешивают содержимое колб.

7.2 Подготовка прибора

Проводят подготовку спектрометра в соответствии с инструкцией изготовителя.

Оптимизируют работу атомно-абсорбционного спектрометра для определения свинца при длине волны 283,3 нм. С использованием холостой пробы регулируют расход газов и скорость подачи пробы в распылитель для получения окислительного пламени, имеющего голубую окраску.

7.2.1 Распыляют в пламя градуировочный раствор, приготовленный из стандартного раствора 26,4 мг Pb/дм^3 и регулируют положение горелки для получения максимального сигнала. Некоторые приборы требуют расширения шкалы для регистрации абсорбции, значения которой составляют от 0,150 до 0,170.

7.2.2 Распыляют в пламя холостую пробу для установления нулевого значения абсорбции, после чего проверяют линейность зависимости ее сигналов от концентрации трех градуировочных растворов.

8 Проведение испытания

8.1 В мерную колбу вместимостью 50 см^3, содержащую 30 см^3 МИБК, вводят 5,0 см^3 образца бензина и перемешивают.

8.1.1 Микропипеткой вводят в колбу 0,1 см^3 раствора йода в толуоле и выдерживают смесь в течение 1 мин.

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

8.1.3 Доводят объем раствора в мерной колбе МИБК до ее номинальной вместимости и перемешивают содержимое колбы.

8.2 Распыляют в пламя анализируемые образцы и градуировочные растворы, регистрируют значения абсорбции с периодической проверкой ее нулевого значения при распылении холостой пробы.

9 Обработка результатов испытания

9.1 Строят график зависимости значений абсорбции от концентрации свинца в градуировочных растворах, а затем по графику рассчитывают концентрацию свинца в образце.

9.2 Допускается обработка результатов испытания в автоматизированном режиме с использованием встроенного программного обеспечение спектрометра.

Концентрацию свинца в образце C_{Pb}, мг/дм^3, в таком случае определяют по формуле

$$C_{Pb} = 10\,\beta_{Pb}\,[1 + 0{,}0012(t_x - 15)], \qquad (1)$$

где β_{Pb} — концентрация свинца в растворе испытуемого образца, мг/дм^3;

0,0012 — усредненный коэффициент расширения в пересчете на градусы Цельсия при температуре 15 °С (коэффициент расширения автомобильного бензина — 0,0011, коэффициент расширения авиационного бензина — 0,0013);

t_x — температура проведения определения, °С.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух определений, округленное до 0,1 мг/дм^3.

За отсутствие принимают концентрацию свинца менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (см. раздел 1).

10 Контроль качества

10.1 Подтверждают характеристики прибора и качество выполнения процедуры испытания, анализируя образец QC.

10.1.1 Если в лаборатории уже разработаны процедуры обеспечения качества/контроля качества, их можно использовать для подтверждения достоверности результатов испытаний.

10.1.2 Если процедуры обеспечения качества/контроля качества отсутствуют, допускается использовать рекомендации, изложенные в приложении *X1*.

11 Прецизионность и смещение

11.1 Прецизионность

Показатели прецизионности настоящего метода испытания, полученные статистической обработкой результатов межлабораторных испытаний, имеют следующие значения.

11.1.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух определений, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре в постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при правильном выполнении метода, может превышать значение 1,3 мг/дм^3 не более, чем в одном случае из двадцати.

11.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами определений, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при правильном выполнении метода, может превышать значение 2,6 мг/дм^3 не более, чем в одном случае из двадцати.

11.2 Смещение

По результатам анализа данных, полученных в двух независимых лабораториях при испытании сертифицированных стандартных образцов (см. приложение ДА) установлено, что полученные значения находятся в пределах повторяемости метода, что свидетельствует об отсутствии смещения.

Приложение Х1
(справочное)

Контроль качества

Х1.1 Следует подтверждать правильность работы аппаратуры и параметры процедуры испытаний, анализируя образец QC.

Х1.2 Перед проведением испытаний следует определить средние и предельные значения для образца контроля качества.

Х1.3 Регистрируют результаты контроля качества и анализируют их с использованием контрольных карт или других эквивалентных статистических методов для подтверждения статистической прослеживаемости параметров процедуры испытаний. При появлении значений, выходящих за установленные пределы, следует выявить причину этого. По результатам такого исследования может потребоваться повторная градуировка прибора.

Х1.4 При отсутствии однозначных требований метода периодичность испытаний образца QC зависит от значимости контролируемого процесса, подтвержденной стабильности его параметров и требований заказчика. При проведении обычных испытаний образец QC проверяют ежедневно. Частоту проверки образца QC увеличивают при постоянном проведении испытаний большого количества образцов. Если доказано, что параметры процедуры испытания и оборудования находятся под статистическим контролем, интервал между проверками можно увеличить. Следует периодически проверять прецизионность метода испытаний с использованием образцов для контроля качества, чтобы гарантировать достоверность полученных результатов.

Х1.5 Рекомендуется, чтобы образец QC был представительным по отношению к обычно испытуемым бензинам. В течение всего предполагаемого периода использования образцов QC следует обеспечить их постоянную доступность. Вещество для образцов QC должно быть стабильным в условиях хранения.

Приложение ДА
(справочное)

Результаты оценки смещения настоящего метода испытания

В таблице ДА.1 приведены результаты определения для сертифицированных стандартных образцов в двух независимых лабораториях в граммах на галлон, являющихся стандартными единицами измерения в Соединенных Штатах Америки, где проводились настоящие испытания.

Таблица ДА.1 — Результаты определения содержания свинца в двух независимых лабораториях, используемые для оценки смещения настоящего метода испытания

Обозначение образца	Сертифицированное значение свинца в образце, грамм на галлон	Результаты определения, грамм на галлон	
		Лаборатория 1	Лаборатория 2
SRM2712	0,031	0,031; 0,033	0,034; 0,033
SRM2713	0,052	0,051; 0,054	0,050; 0,051
SRM2714	0,075	0,077; 0,079	—

Приложение ДБ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного стандарта ASTM

Таблица ДБ.1

Структура настоящего стандарта	Структура стандарта ASTM D3237–22
1 Область применения	1 Область применения
2 Нормативные ссылки	2 Ссылочные документы
*	3 Терминология
3 Сущность метода	4 Краткое изложение метода испытаний
*	5 Назначение и применение
4 Аппаратура	6 Аппаратура
5 Реактивы и материалы	7 Реактивы
6 Отбор проб	8 Отбор проб
7 Подготовка к проведению испытания	9 Градуировка
8 Проведение испытания	10 Проведение испытания
9 Обработка результатов испытания	11 Вычисления
10 Контроль качества	12 Контроль качества
11 Прецизионность и смещение	13 Прецизионность и смещение
Приложение X1 Контроль качества	Приложение X1 Мониторинг контроля качества
Приложение ДА Результаты оценки смещения настоящего метода испытания	—
Приложение ДБ Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного стандарта ASTM	—
Библиография	—
* Данный раздел исключен, т. к. его положения размещены в других разделах настоящего стандарта.	

Библиография

[1] ASTM D1193 Standard specification for reagent water (Стандартная спецификация на реактив воду)

УДК 662.753.1:006.354 МКС 75.160.20 MOD

Ключевые слова: бензины, определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 11.07.2024. Подписано в печать 22.07.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,58.

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 32350—2024 Бензины. Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан	AZ	Азстандарт

(ИУС № 12 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru