ҚАЗАСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Сұйық мұнай өнімдері

АТОМДЫ-АБСОРБЦИОНДЫ СПЕКТРОМЕТРИЯ ӘДІСІМЕН ҚОРҒАСЫННЫҢ КІШІ КОНЦЕНТРАЦИЯСЫН АНЫҚТАУ

ҚР СТ EN 237-2008

EN 237:1996 Liquid petroleum products- petrol- determination of low lead concentrations by atomic absorption spectrometry (IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

Алғысөз

1 Тынышпаев атындағы Қазақ көлік және коммуникациялар академиясы негізінде стандарттау жөніндегі ТК 65 «Автомобиль көлігі» техникалық комитеті **ДАЙЫНДАП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2008 жылғы 30 желтоқсандағы № 674-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт қолданылу саласының кеңеюі арқылы EN 237:1996 «Liquid petroleum products- petrol- determination of low lead concentrations by atomic absorption spectrometry» (EN 237:1996 «Сұйық мұнай өнімдері. Карбюратор отыны. Қорғасынның болуын атомдық – абсорбциялық спектрометрия әдісімен анықтау») стандартына балама.

Ағылшын тілінен аударылған (en).

Сәйкестік дәрежесі - балама, IDT.

EN 237:1996 еуропалық стандарттың «Қолданылу саласы» бөліміндегі жұмыс қауіпсіздігі бойынша ескертулер ҚР СТ 1.5-2004 «Стандарттарды құрастыру, мазмұндау, рәсімдеу және құрамына қойылатын жалпы талаптар» шарттарына сәйкес 12 «Қауіпсіздік» бөліміне ауыстырылған.

Мемлекеттік (мемлекетаралық) стандарттардың халықаралық стандарттарға сілтемесі сәйкестігі жайлы мәліметтер А қосымшасында берілген.

Осы стандарттың EN 237:1996 стандартынан өзгеше құрама элементтері мәтінде көлбеу қаріп көмегімен ерекшеленген.

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2013 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандарттағы өзгертулер жайлы мәліметтер «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал мәтіні – айлық «Мемлекеттік стандарттар» мәліметтік сілтемесінде жарияланады. Берілген стандартты қайта қарау (жою) немесе өзгерткен жағдайда сәйкес ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады.

Осы стандарт ресми басылым ретінде Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз толықтай немесе жартылай шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды.

Мазмұны

1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Сынау әдісінің қағидаты	1
4	Реактивтер	2
5	Аспаптар	2
6	Сынаманы іріктеу	2
7	Сынауларды өткізу	2
8	Нәтижелерді өңдеу	4
9	Нәтижелерді беру	4
10	Дәлдік	4
11	Сынау туралы есеп	5
12	Қауіпсіздік	5
	А қосымшасы (анықтамалық). Мемлекеттік (мемлекетаралық) стандарттардың сілтеме халықаралық стандарттарға сәйкестігі жайлы мәліметтер	6

Кіріспе

Осы стандарт CEN/TC 19 Еуропалық стандарттау жөніндегі комитеттің «Мұнай отыны, майлау материалдары мен жақын өнімдер» техникалық комитеті әзірлеген EN 237:1996 Liquid petroleum products- petrol- determination of low lead concentrations by atomic absorption spectrometry «Сұйық мұнай өнімдері. Карбюратор отыны. Қорғасынның болуын атомдық – абсорбциялық спектрометрия әдісімен анықтау» стандарты негізінде дайындалды.

EN 237:1996 еуропалық стандарт DIN 1760-8 «Мұнай отынын сынау – 5 - 25 мг/л қорғасын болуын анықтау – атомдық – абсорбциялық спектрометрия әдісімен тіке анықтау (AAS)» (қазан, 1981) стандартына негізделген. Берілген стандарт техникалығы жағынан ASTM D 3237:1979 «Standard test Method for Lead in Gasoline by Atomic Absorption Spectrometry» стандартына балама.

Осы стандарт ГОСТ Р 51942-2003 Бензиндер. Қорғасынды атомдық – абсорбциялық спектрометрия әдісімен анықтау Ресей Федерациясының мемлекеттік стандартынан ерекше және талдау нәтижелерінің ұқсастық пен қайталанғыштық шектеріне қойылатын барынша қатаң талаптарды белгілейді.

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Сұйық мұнай өнімдері

АТОМДЫ-АБСОРБЦИОНДЫ СПЕКТРОМЕТРИЯ ӘДІСІМЕН ҚОРҒАСЫННЫҢ КІШІ КОНЦЕНТРАЦИЯСЫН АНЫҚТАУ

Енгізген күні 2009-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт қарғасын құрамы 5-тен 25 мг/л-ге дейінгі сұйық мұнай өнімдерінде қорғасын құрамын анықтау әдісін бекітеді. Бұл үрдіс қорғасынның алкильді қосылуына тәуелді емес.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мына стандарттарға сілтеме жасалды. Мерзімделген сілтемелер үшін тек сілтеме стандарттың берілген өнімін ғана қолданады, мерзімделмеген сілтемелер үшін сілтеме стандарттың соңғы басылымын қолданады (оның өзгертулерімен қоса).

ҚР СТ 1.9-2007 Халықаралық, өңірлік және шет мемлекеттердің ұлттық стандарттарын, өзге стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттарды Қазақстан Республикасында қолдану тәртібі.

ISO 648:1977 1977 Зертханалық шыны ыдыс. Бір белгілі тамшуырлар

ISO 385:2005[1)] Зертханалық шыны ыдыс. Бір белгілі өлшемді құтылар

ISO 3170:2004 Сұйық мұнай өнімдері. Сынамаларды қолмен іріктеу

ISO 3171:1998 Сұйық мұнай өнімдері. Сынамаларды құбыржолынан автоматты түрде іріктеу

ISO 1042:1998 Зертханалық шыны ыдыс. Өлшеуірлер

ISO 3696:1987 Зертханалық талдауға арналған су. Техникалық шарттар және сынау әдістері.

ГОСТ Р 51942-2003 Бензиндер. Қорғасынды атомдық-абсорбциялық спектрометрия әдісімен анықтау1)

3 Сынау әдісінің қағидаты

Изопропилді спиртпен араластырылған және йодпен өңделген үлгі атомды-абсорбционды спектрометрдің ацетилено-ауалы жалынына бүркіледі. Экстинкция[2)] толқын ұзындығы 217,0 нм (нанометр) болғанда өлшенеді. Салыстыру қорғасын құрамы бекітілген эталонды ерітінділермен орындалады.

Барлық реактивтер "талдау үшін таза" дәрежелі болу қажет. Су ISO 3696 стандартының 3 класс талаптарына сәйкес болуы қажет.

---

*[1)] **ҚР СТ 1,9-2007 сәйкес қолданылады.***

[2)] ISO 385-1:1984 Зертханалық шыны ыдыс. Өлшеуірлер. 1-бөлік. Жалпы талаптар. стандарттың орнына қолданылады.

4 Реактивтер

4.1 Қорғасынның қоюландырылған бастапқы ерітіндісі

Концентрация ерітіндісі 1000 мг масса бойынша 1 л (*Pb*)=1000 мг/л. 183,1 мг қорғасынның ацетат-3-гидраты өлшемді құтыда 5 мл сіркесу қышқылмен және шамасы 20^0С температурадағы 5 мл сумен ерітіледі, бұдан кейін оған 100 мл көлемге дейін изопропилді спирт қосылады.

Ескертпе – қорғасынның бастапқы ерітіндісінің жарамдылық мерзімі 6 ай.

4.2 Қорғасынның араластырылған бастапқы ерітіндісі

Қорғасынның 50 мг массасы бойынша 1л (РЬ)=50 мг/л-дегі шоғырлану ерітіндісі, тамшуырдың көмегімен (5.5- ке сәйкес) қорғасынның шоғырланған бастапқы ерітіндісінің 5 мл(4.1-ге сәйкс) өлшеу құтысында орналастырылады(5.4-ке сәйкес) және оған 100 мл көлемге дейін изопропилді спирт қосылады(4.3-ке сәйкес).

4.3 Изопропилді спирт

4.4 Толуол

4.5 2,2,4-триметилпентан (изооктан)

4.6 Йодты ерітінді

Йодты ерітінді – сублимирленген йодтың 20 г изопропилді спирттің кішкене көлемінде ерітіледі және изопропилді спиртпен 1 литр көлеміне жеткізіледі.

4.7 Метилтриоктиламмониумхлорид ерітіндісі (алдыда - Аликвот 336)

Аликвот 336 ерітіндісі – **Аликвот 336** хлоридтің 10 грамы изопропилді спирттің кішкене көлемінде ерітіледі және изопропилді спиртпен 1 литр көлеміне жеткізіледі.

4.8 Май қоспасы жоқ ауа, қысымды газ баллонында немесе сығымдағыштан.

4.9 Ацетилен, қысымды газ баллонында

Ескертпе – Қауіпсіздік шаралары: нығыздалған газдар зертханадан тыс жерде сақталуы қажет.

5 Аспаптар

Шыны зертханалық ыдыстар және төменде келтірілгендер қолданылады:

5.1 Жалынды атомды-абсорбционды масс-спектрметр, ол толқын ұзындығы 217,0 нм болғандағы өлшеулерге арналған және органикалық ерітінділермен жұмысқа жарамды ацителенді ауалы жалынға арналған жанғышпен жабдықталған.

5.2 Қорғасынды бос катодты шамы.

5.3 Көлемі 5 мл, А классты, ISO 1042 талаптарына сәйкес **микрөөлшеуір.**

5.4 Көлемі 100 мл, А классты, ISO 1042 талаптарына сәкес **өлшем құтылары**.

5.5 Көлемі 10 мл, 5 мл және 1 мл, А классты, ISO 648 талаптарына сәйкес сорғыш бүріккіші бар **тамшуырлар**.

6 Сынаманы іріктеу

Сынамаларды таңдау ISO 3170 және (немесе) ISO 3171 талаптарына сәйкес сұйық мұнай өнімдерінің сынамаларын таңдау әдістеріне сәйкес егер өнім қасиеттері басқаны қарастырмаса, жүргізілу қажет.

7 Сынауларды өткізу

7.1 Жалпы шарттар

Көлемдер, көлемді анықтау үшін қолданылатын шыны ыдыстарды калибрлеу температурасынан 5 °С-ден аспайтын температура кезінде өлшенеді.

Ескертпе- берілген температура әдетте 20 °С-ді құрайды. Эталонды ерітінділер, және сынама ерітінділері өлшеуде сол бір күнде дайындалуы және қолданылуы қажет.

7.2 Этолонды қисығының тұрғызылу процесі

7.2.1 Эталонды ерітінділердің дайындалуы

0,5 мг/л, 1,0 мг/л, 1,5 мг/л, 2,0 мг/л, 2,5 мг/л қорғасын массасы бойынша шоғырланған эталонды ерітінділер келесі әдіспен жасалады: микроөлшеуір көмегімен (5.3 сәйкес) ішінде 5 мл-ден изопропилді спирті және 50% толуолдың көлемді бөліктері (4.4 сәйкес) және 50% изо-октанның көлемді бөліктері (4.5 сәйкес) бар әрқайсысы 100 мл көлемді 5 өлшеу құтысы сериясына сәйкес 1, 2, 3, 4 және 5 мл қорғасынның араластырылған нәтижелік ерітіндісін (4.2 сәйкес) қосады. Бұдан кейін құтыларға 1 мл-ден йодты ерітіндіні (4.6 сәйкес) қосады. Құтыларды сілкиді және 1 минут бойына ұстайды. Содан соң метилтриоктиламмониумхлорид (4.7 сәйкес) ерітіндісінің 5 мл қосып, қажет өлшем белгісіне дейін изопропилді спиртпен араластырады (4.3 сәйкес).

7.2.2 Нөлдік ерітінділерді дайындау

Дайындау реті 7.2.1-ге сәйкес, бірақ қорғасынның бастапқы ерітіндісін қоспай.

7.2.3 Спектрометриялық өлшеулер

Бос катодты қорғасын шамын (5.2-ге сәйкес) спектрометрге (5.2-ге сәйкес) орналастырып және тұрақтылыққа жету үшін қажетті, құралды уақытша қосулы етіп қалдырамыз.

Шам тогы, күшею коэффициенті және саңылау құралдың сипаттамаларымен сәйкес реттеледі. Толқын ұзындығы ең үлкен қарқындылығына жететіндей етіп 217,0 нанометр ауқым саласында бекітіледі. Ацетиленді-ауалы жанғыш кигізіледі және жалын жандырылады. Ацетилен (4.9 тармағына сәйкес) және ауа (4.8 сәйкес) шығындары жалын жанғыш жақтарының шекараларында қалатындай етіп реттеледі.

Алғашқы өлшеулерді жалынның бірқалыпты жағдайына жеткізілгеннен кейін алады. Нөлдік ерітінді (7.2.2 сәйкес) және эталонды ерітінді (7.2.1 сәйкес) бүркіледі және жалын бір-бірінен шоғырлануы өсу ретіне және қажеттілік шамасымен жұтылу мөлшері өлшенеді. Әр өлшеуден кейін жанғыш арқылы су бүркіледі. Эталонды қисығын тұрғызу кезінде бүрку нормасы тұрақты болуына ерекше назар аудару қажет.

Нөлдік нүктені қайта тексеру үшін, екі эталонды ерітінді аралығында құралға нөлдік ерітінді енгізіледі (7.2.2 сәйкес).

7.2.4 Эталонды қисығын тұрғызу

Нәтижелерді автомат графикалық бейнелеуі жоқ өлшеу құралдары үшін эталонды ерітіндінің литріне миллиграммдағы қорғасын шоғырлануы обсцисса осіне жазылады, ал осы сипаттаманың нөлдік ерітіндісі үшін сәйкес кішірейтілген экстинкция мәндері ордината осіне жазылады.

7.3 Сынамаларды даярлау

50 мл шамасындағы изопропилді спирт (4.3 сәйкес) өлшеу құтысына құйылады (5.4 сәйкес), оған, көпіршіктердің жоқ болуына қарастыра отырып, тамшуырдың көмегімен 10 мл сынама (6-шы бөлімге сәйкес) енгізіледі. Сынаманы сору алмұртымен сорғанда тамшуырды толтыру кезіндегі көпіріктің пайда болуын болдырмауға ерекше назар аудару қажет. Бұдан кейін 1 мл йодты ерітінді қосылады (4.6 сәйкес), құтыны сілкейді және 1 минут бойына ұстайды. Содан соң аликвот 336 ерітіндісінің 5 мл енгізіледі (4.7 сәйкес), және ерітінді көлемі изопропилді спиртпен белгіге дейін жеткізіледі.

Егер сынаманың 10 мл-ден кемі қолданса, онда көлем 50% толуолдың көлемді бөліктерінен (4.4 тармағына сәйкес) және 50% изо-октан көлемді бөлігінен (4.5 және 7.2.1 сәйкес) құралған ерітіндіні қосу арқылы 10 мл-ге дейін жеткізіледі.

7.4 Анықтау

7.2.3-те берілген рет бойынша сынама ерітіндісі, ал содан кейін экстинкция сынама ерітіндісіне жақын эталонды ерітінді өлшенеді.

8 Нәтижелерді өңдеу

Сынамалардағы қорғасын құрамы қорғасын массасы бойынша литрге миллиграммен шоғырлануы ретінде есептеледі:

$$\rho\,(Pb)=\frac{A\rho B(Pb)\cdot 10}{A_1}$$

мұнда

A – сыналатын ерітіндінің жұтылуы;

$\rho B(Pb)$ – эталонды ерітіндідегі қорғасын массасы бойынша шоғырлану, литрге миллиграммда (мг/л);

A_1 –сынама ерітіндіге жақын эталонды ерітіндісінің жұтылуы.

Егер сынама көлемі 10 мл-ден төмен болса, онда жоғары келтірілген теңдіктегі 10 коэффициенті 100/V өзгертіледі, мұндағы V – миллиметрдегі сынама көлемі болып табылады.

9 Нәтижелерді беру

Қорғасын құрамы 1 мг/л-ге дейінгі дәлдікпен литрге миллиграмммен берілген массасы бойынша шоғырлануы ретінде көрінеді.

Е с к е р т п е – нәтижелерді литрге грамм түрінде көрсету үшін ол 1000-ға бөлінеді.

10 Дәлдік

10.1 Жаңғыртулық

Сынау әдісінің қалыпты және дұрыс орындалы кезінде ұзақ уақыт аралығында жекелей емес сыналатын материалдардың түрлі зертханаларда жұмыс істейтін, түрлі сынаулармен алынған, екі бірегей және тәуелсіз нәтижелер арасындағы айырмашылықтар, тек 20-дан жағдайдың біреуінде ғана, 1-кестеде берілген мәндерден асып кетуі мүмкін

10.2 Қайталанымдылық (бірігушілік)

Сынау әдісінің қалыпты және дұрыс орындалы кезінде ұзақ уақыт аралығында тұрақты жұмыс шарттарында жеке сынау материалдарында тек бір ғана құрылғыда және тек қана бір орындаушымен алынған, сынаудың екі нәтижесінің арасындағы айырмашылық, жиырма жағдайдың тек біреуінде ғана, 1-кестеде берілген мәндерден асып кетуі мүмкін.

1 кесте –Осы әдістің ұқсастығы мен қайталанымдығы үшін талдаудың екі нәтижесі арасында рұқсат етілетін айырмашылықтар

Сынамадағы қорғасынның массалық шоғырлануы, мг/л	Қайталанымдылық, мг/л	Жаңғыртулық, мг/л
7-ден төмен	1	2
7-ден 25-ке дейін	2	3

11 Сынау туралы есеп

Сынау бойынша есеп мына мәліметтерден құралуы қажет:
a) сыналатын өнімнің сипаттамасы;
b) берілген мемлекеттік стандартқа сілтеме;
c) сынаманы таңдау үрдісі (6 бөлімге сәйкес);
d) нәтижелердің берілуі (9 бөлімге сәйкес);
e) сынау кезінде шыққан қандай-да бір ауытқулар;
f) сынаудың өткізілу мерзімі.

12 Қауіпсіздік

Берілген еуропалық стандартты қолдану қауіпті заттардың, жұмыстық үрдістер мен жабдықтардың қолданылуымен байланысты болуы мүмкін. Берілген стандартта оны қолдану кезінде пайда болатын қауіпсіздік мәселелерінің барлығымен байланысты талаптар жоқ. Стандартты қолданушы сәйкес қауіпсіздік шараларының алдын-ала қолданылуына жауапты.

А қосымшасы
(анықтамалық)

А.1-кестесі Мемлекеттік (мемлекетаралық) стандарттардың сілтеме халықаралық стандарттарға сәйкестігі жайлы мәліметтер

Сілтеме халықаралық стандарттың, халықаралық құжаттың белгіленуі мен атауы	*Сәйкестік дәрежесі*	*Мемлекеттік (мемлекетаралық) стандарттың белгіленуі мен атауы*
ISO 3696:1987 Зертханалық талдауға арналған су. Техникалық шарттар және сынау әдістері.*	*NEQ*	*ГОСТ 6709-7272 Дистилденген су. Техникалық шарттар*
ISO 385:2005 Зертханалық шыны ыдыс. Өлшеуірлер.*	*NEQ*	*ГОСТ 29227-91(ИСО 385-1-81) Зертханалық шыны ыдыс. Өлшеуірлер. 1-бөлік. Жалпы талаптар.*
*ISO 648:1977 * Зертханалық шыны ыдыс. Бір белгілі тамшуырлар.*	*NEQ*	*ГОСТ 29169-91 Зертханалық шыны ыдыс. Бір белгілі тамшуырлар.*
ISO1042:1998 Зертханалық шыны ыдыс. Бір белгілі өлшемді құтылар.*	*NEQ*	*ГОСТ 25336-82 – Зертханалық шыны ыдыс пен жабдық. Түрлері, негізгі параметрлері мен өлшемдері.*
ISO 3170:2004 Сұйық мұнай өнімдері. Сынамаларды қолмен іріктеу.	*IDT*	*ҚР СТ ИСО 3170-2006 «Мұнай және мұнай өнімдері. Сынамаларды іріктеудің қол әдісі»*
ISO 3171:1998 Сұйық мұнай өнімдері. Сынамаларды құбыржолынан автоматты түрде іріктеу.	*IDT*	*ҚР СТ ИСО 3171:2007 «Мұнай өнімдері. Сұйық көмірсутектері. Сынамаларды құбыржолынан автоматты түрде іріктеу»*
** Сәйкес үйлестірілген мемлекеттік стандарт жоқ. Ол қабылданғанға дейін берілген мемлекетаралық стандарттың орыс тілдегі аудармасын қолдану ұсынылғды*		

ӘОЖ 662.753.1:006.354 **МСЖ 75.160.20**

Түйінді сөздер: сұйық мұнай өнімдері, отын, химиялық талдау, құрам анықтау, қорғасын, атомды-абсорбционды спектрометрия, жартылай катодты қорғасын шам, сынамаларды дайындау, эталондық қисықты құру, қорғасын қоспасының экстинкциясы, талдаулар нәтижесінің ұқсастығы мен қайталануы.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Жидкие нефтепродукты

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАЛЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ СВИНЦА МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

СТ РК ЕН 237-2008

(EN 237:1996 Liquid petroleum products- petrol- determination of low lead concentrations by atomic absorption spectrometry (IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 65 «Автомобильный транспорт» на базе АО «Казахская академия транспорта и коммуникаций им. М.Тынышпаева».

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом председателя Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 30 декабря 2008 г. № 674-од

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту EN 237:1996 Liquid petroleum products-petrol- determination of low lead concentrations by atomic absorption spectrometry» (EN 237:1996 Жидкие нефтепродукты. Карбюраторное топливо. Определение содержания свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии).

Перевод с английского (en).

Степень соответствия – идентичная (IDT).

Предупреждение по безопасности работ из раздела «Область применения» европейского стандарта EN 237:1996 перенесено в дополнительный раздел 12 «Безопасность», в соответствии с положениями СТ РК 1.5-2004 Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов.

Сведения о соответствии ссылочным международным стандартам государственных (межгосударственных) стандартов приведены в приложении А.

Структурные элементы настоящего стандарта, отличные от EN 237:1996, выделены по тексту курсивом.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2013 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячных информационных указателях «Нормативные документы по стандартизации». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Нормативные документы по стандартизации»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

	Введение	IV
1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Принцип метода испытаний	1
4	Реактивы	2
5	Приборы	2
6	Отбор пробы	2
7	Проведение испытаний	3
8	Обработка результатов	4
9	Представление результатов	4
10	Точность	4
11	Отчет об испытании	5
12	Безопасность	5
	Приложение А (справочное). Сведения о соответствии ссылочным международным стандартам государственных (межгосударственных) стандартов	6

Введение

Настоящий стандарт подготовлен на основе европейского стандарта EN 237:1996 EN 237:1996 Liquid petroleum products- petrol- determination of low lead concentrations by atomic absorption spectrometry», который был разработан Техническим комитетом CEN/TC 19 «Нефтяное топливо, смазочные материалы и близкие продукты» Европейского комитета по стандартизации.

Стандарт EN 237:1996 основывается на DIN 1760-8 Испытание нефтяного топлива – определение содержания свинца от 5 до 25 мг/дм^3 – прямое определение методом атомно-абсорбционной спектроскопии (AAS) (октябрь, 1981). Указанный стандарт технически равнозначен стандарту ASTM D 3237:1979 Standard test Method for Lead in Gasoline by Atomic Absorption Spectrometry (ASTM D 3237:1979 Стандартный метод определения свинца в бензине атомно-абсорбционной спектроскопией).

Настоящий стандарт, в отличие от Государственного стандарта Российской Федерации ГОСТ Р 51942-2003 Бензины. Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии устанавливает более жесткие требования к пределам сходимости и воспроизводимости результатов анализа.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Жидкие нефтепродукты
ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАЛЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ СВИНЦА МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Дата введения 2009-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания свинца в жидких нефтепродуктах с содержанием свинца от 5 до 25 мг/дм^3. Этот процесс не зависит от вида алкильных соединений свинца.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

СТ РК 1.9-2007 Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

ИСО 648:1977 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой[1)].

ИСО 385:2005 Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной меткой[1)].

ИСО 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб[1)].

ИСО 3171:1998 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов[1)].

ИСО 385:2005 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки[1) 2)].

ИСО 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний[1)].

ГОСТ Р 51942-2003 Бензины. Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии[1)].

3 Принцип метода испытаний

Разбавленная изопропиловым спиртом и обработанная йодом проба распыляется в ацетилено-воздушном пламени атомно-абсорбционного спектрометра. Поглощение света измеряется при длине волны 217,0 нм (нанометров). Сравнение производится с эталонными растворами, содержание свинца в которых установлено.

Все реактивы должны быть степени "чистый для анализа". Вода должна соответствовать требованиям класса 3 стандарта ISO 3696.

[1)] Применяется в соответствии с СТ РК 1.9-2007.

[2)] Действует взамен ISO 385-1:1984 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть1. Общие требования.

4 Реактивы

4.1 Концентрированный исходный раствор свинца

Раствор концентрации по массе 1000 мг в 1дм^3 (Pb)=1000 мг/дм^3. 183,1 мг свинца ацетат-3-гидрата растворяется в мерной колбе смесью из 5 см^3 уксусной кислоты и 5 см^3 воды при температуре около 20 °С, после чего доливается изопропиловым спиртом до объема 100 см^3.

Примечание - Срок годности исходного раствора свинца 6 месяцев.

4.2 Разбавленный исходный раствор свинца

Раствор концентрации по массе 50 мг свинца в 1 дм^3 $\rho(Pb)$=50 мг/дм^3, С помощью пипетки (в соответствии с 5.5) 5 см^3 концентрированного исходного раствора свинца (в соответствии с 4.1) помещается в мерную колбу (в соответствии с 5.4) и доливается изопропиловым спиртом (в соответствии с 4.3) до объема 100 см^3.

4.3 Изопропиловый спирт

4.4 Толуол

4.5 2,2,4-триметилпентан (изооктан)

4.6 Йодный раствор

Йодный раствор – 20 г сублимированного йода растворяется в небольшом количестве изопропилового спирта и доводится изопропиловым спиртом до объема 1 дм^3.

4.7 Трикаприлметиламмонийхлорид (далее - Аликвот 336)

Раствор Аликвот 336 в метилизобутиловом кетоне (МИБК) объемной доли 10 %. 10г Аликвот 336 растворяются в небольшом количестве изопропилового спирта и доводится изопропиловым спиртом до объема 1 дм^3.

4.8 Воздух, без примеси масла, под давлением в газовом баллоне или из компрессора.

4.9 Ацетилен, под давлением в газовом баллоне

Примечание - Меры предосторожности: сжатые газы должны храниться вне лаборатории.

5 Приборы

Используется стеклянная лабораторная посуда, а также ниже перечисленное:

5.1 Пламенный атомно-абсорбционный масс-спектрометр, предназначенный для измерений на длине волны 217,0 нм и оснащенный горелкой для ацетилена воздушного пламени, пригодной для работы с органическими растворами.

5.2 Свинцовая лампа с полым катодом

5.3 Микробюретка, объемом 5 см^3, класса А, соответствующая требованиям ISO 1042.

5.4 Мерные колбы объемом 100 см^3, класса А, соответствующие требованиям ISO 1042.

5.5 Пипетки объемами 10 см^3, 5 см^3 и 1 см^3, класса А, соответствующие требованиям ISO 648, со всасывающей грушей.

6 Отбор пробы

Отбор пробы должен производиться в соответствии с требованиями ISO 3I70 и (или) ISO 3171 в соответствии с методами отбора проб жидких нефтепродуктов, если свойства продукта не предписывают ничего иного.

7 Проведение испытаний

7.1 Общие положения

Объемы отмеряются при температуре, отличающейся не более, чем на 5 °С от температуры калибровки стеклянной посуды, используемой для определения объемов.

Примечание - указанная температура обычно составляет 20 °С. Эталонные растворы, а также раствор пробы должны изготавливаться и использоваться для измерений в один и тот же день.

7.2 Процесс построения эталонной кривой

7.2.1 Приготовление эталонных растворов

Эталонные растворы с концентрациями по массе свинца 0,5 мг/дм^3, 1,0 мг/дм^3, 1,5 мг/дм^3, 2,0 мг/дм^3 и 2,5 мг/дм^3 готовятся следующим образом: с помощью микробюретки (в соответствии с 5.3) в серию из 5 мерных колб, объемами 100 см^3 каждая (в соответствии с 5.4), в которых находится по 50 см^3 изопропилового спирта (в соответствии с 4.3) и по 10 см^3 смеси, из 50 % объемных частей толуола (в соответствии с 4.4) и 50 % объемных частей изооктана (в соответствии с 4.5), вносятся 1, 2, 3, 4 и 5 см^3, соответственно, разбавленного исходного раствора свинца (в соответствии с 4.2). После чего в колбы добавляется по 1 см^3 йодного раствора (в соответствии с 4.6). Колбы встряхивают и выдерживают раствор в течение 1 мин. Затем добавляют 5 см^3 раствора метилтриоктиламмониумхлорид (в соответствии с 4.7) и разбавляют до требуемой мерной отметки изопропиловым спиртом (в соответствии с 4.3).

7.2.2 Приготовление нулевых растворов

Порядок приготовления соответствует 7.2.1, но без добавки исходного раствора свинца.

7.2.3 Спектрометрические измерения

Свинцовая лампа с полым катодом (в соответствии с 5.2) вставляется в масс-спектрометр (в соответствии с 5.1), который включается и по истечению времени, необходимого для достижения стабильности, тщательно настраивается с целью реализации максимальных технических возможностей прибора.

Ток лампы, коэффициент усиления и зазор регулируются в соответствии с характеристиками прибора. Длина волны устанавливается в области 217,0 нанометров таким образом, чтобы достигалась наибольшая интенсивность. Надевается ацетилено-воздушная горелка и поджигается пламя. Расходы ацетилена (в соответствии с пунктом 4.9) и воздуха (в соответствии с 4.8) регулируются. Смесь этих газов делается такой, чтобы пламя оставалось в пределах сторон горелки.

Первые замеры снимаются после достижения стабильного состояния пламени. Нулевой раствор (в соответствии с 7.2.2) и эталонный раствор (в соответствии с пунктом 7.2.1) впрыскиваются в пламя в порядке возрастания концентрации, друг за другом, и по мере надобности измеряется поглощение света. После каждого измерения через горелку впрыскивается вода. Следует обратить внимание на то, чтобы норма всасывания в процессе построения эталонной кривой оставалась постоянной.

Для того чтобы перепроверить нулевую точку между двумя эталонными растворами, в прибор вводится нулевой раствор (в соответствии с 7.2.2).

7.2.4 Построение градуировочной кривой

Для измерительных приборов, не имеющих автоматического графического отображения результатов, концентрации свинца в миллиграммах на дм^3 эталонного раствора откладываются на оси абсцисс, а соответствующие значения экстинкции, уменьшенные на величину этой характеристики для нулевого раствора, откладываются на оси ординат.

7.3 Подготовка пробы

Примерно 50 см^3 изопропилового спирта (в соответствии с 4.3) помещаются в

измерительную колбу (в соответствии с 5.4), куда с помощью пипетки вносится 10 см^3 пробы (в соответствии с разделом 6), избегая появления пузырьков. При всасывании пробы всасывающей грушей следует обратить внимание на недопущение образования пены при заполнении пипетки. После этого вносится 1 см^3 йодного раствора (в соответствии с 4.6), колба встряхивается и выдерживается в течение 1 мин. Затем вносится 5 см^3 раствора Аликвот 336 (в соответствии с 4.7) и объем раствора доводится изопропиловым спиртом до метки.

Если используется менее 10 см^3 пробы, то её объем доводится до 10 см^3 путем добавления раствора, состоящего из 50 % объемных частей толуола (в соответствии с пунктом 4.4) и 50 % объемных частей изооктана (в соответствии с 4.5 и 7.2.1).

7.4 Проведение измерений

В соответствии с порядком, изложенным в 7.2.3, измеряется анализируемый раствора, а затем - эталонный раствор, поглощение которого наиболее близко к анализируемому раствору.

8 Обработка результатов

Содержание свинца в пробе $\rho(Pb)$ рассчитывается как концентрация по массе свинца в миллиграммах на дм^3 по следующей формуле:

$$\rho(Pb) = \frac{A \cdot \rho_1(Pb)}{A_1},$$

где

A – величина поглощения анализируемого раствора;

$\rho_1(Pb)$ – концентрация по массе свинца в эталонном растворе, в миллиграммах на дм^3 (мг/дм^3);

A_1 – величина поглощения эталонного раствора, близкого по содержанию свинца к анализируемому раствору.

9 Представление результатов

Содержание свинца выражается как концентрация по массе в миллиграммах на дм^3, округленная до 1 мг/дм^3.

Примечание - Для выражения результата в граммах на дм^3, он делится на 1000.

10 Точность

10.1 Сходимость

Различие между двумя результатами, полученными одним и тем же оператором при одних и тех же рабочих условиях эксплуатации оборудования на идентичном анализируемом материале, превышающее значения, приведенные в таблице 1, допускается не более чем в одном случае из 20 (в соответствии с таблицей 1).

10.2 Воспроизводимость

Различие между двумя отдельными и независимыми результатами, полученными разными операторами в различных лабораториях на идентичном анализируемом материале, превышающее значения, приведенные в таблице 1, допускается не более чем в одном случае из 20 (в соответствии с таблицей 1).

Таблица 1 - Допустимые различия между двумя результатами анализа для сходимости и воспроизводимости данного метода

Массовая концентрация свинца в пробе, мг/дм^3	Допустимые различия между двумя результатами анализа (в мг/дм^3) для	
	сходимости	воспроизводимости
Менее 7	1	2
от 7 до 25	2	3

11 Отчет об испытании

Отчет об испытании должен содержать следующие сведения:

a) характеристику испытываемого продукта;
b) ссылку на настоящий государственный стандарт;
c) процесс отбора пробы (в соответствии с разделом 6);
d) результат испытания (в соответствии с разделом 9);
e) какие-либо отклонения, выявленные во время испытаний;
f) дату проведения испытаний.

12 Безопасность

Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных веществ, рабочих процессов и оборудования. Данный стандарт не содержит требований, связанных со всеми проблемами безопасности, возникающими при его применении. Пользователь стандарта отвечает за предварительное принятие соответствующих мер безопасности.

Приложение А
(справочное)

Таблица А.1 - Сведения о соответствии ссылочным международным стандартам государственных (межгосударственных) стандартов

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта, международного документа	*Степень соответствия*	*Обозначение и наименование государственного (межгосударственного) стандарта*
ИСО 3696:1987Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний[1)]	*NEQ*	*ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия*
ИСО 385:2005 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки[1)]	*NEQ*	*ГОСТ 29227-91(ИСО 385-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть1. Общие требования*
ИСО 648:1977 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой[1)]	*NEQ*	*ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой*
ИСО 385:2005 Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной меткой[1)]	*NEQ*	*ГОСТ 25336-82 - Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры*
ИСО 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб	*IDT*	*СТ РК ИСО 3170-2006 Нефть и нефтепродукты. Ручные методы отбора проб*
ISO 3171:1998 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов	*IDT*	*СТ РК ИСО 3171-2007 Нефтепродукты. Жидкие углеводороды. Автоматический отбор проб из трубопроводов*
ГОСТ Р 51942-2003 Бензины. Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии[1)]		-

[1)] *Соответствующий государственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.*

УДК 662.753.1:006.354 **МКС 75.160.20**

Ключевые слова: жидкие нефтепродукты, топливо, химический анализ, определение содержания, свинец, метод атомно-абсорбционной спектрометрии, свинцовая лампа с полым катодом, подготовка проб, построение эталонной кривой, экстинкция раствора свинца, сходимость и воспроизводимость результатов анализа.

Для заметок

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru