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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33158— 2014

БЕНЗИНЫ

Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 декабря 2014 г. № 46)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 493-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33158—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 3831—12 Standard test method for manganese in gasoline by atomic absorption spectroscopy (Стандартный метод определения марганца в бензине методом атомно-абсорбционной спектроскопии).

Стандарт разработан комитетом ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы» и непосредственную ответственность за метод несет подкомитет D02.03 «Элементный анализ».

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51925—2011.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2015

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

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 3
9 Проведение испытаний 4
10 Обработка результатов 4
11 Контроль качества 4
12 Прецизионность и смещение 4
Приложение X1 (справочное) Контроль качества 6
Библиография 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам 7

МКС 75.160.20

Поправка к ГОСТ 33158—2014 Бензины. Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркменистан	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 5 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИНЫ

Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Gasolines.
Determination of manganese by atomic absorption spectroscopy method

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения в бензинах общего содержания марганца, присутствующего в виде метилциклопентадиенилтрикарбонила марганца (ММТ) в диапазоне концентраций от 0,25 до 40,00 мг/дм^3.

1.2 Настоящий метод используют для реформулированного бензина, содержащего до 12 % об. включительно метил-*трет*-бутилового эфира (МТБЭ) или до 10 % об. этанола. Настоящий метод не может использоваться для продуктов глубокого крекинга, содержащих более 18 % об. олефинов, определяемых по ASTM D 1319 (для недепентанизированных олефинов).

1.3 Настоящий метод испытания был разработан и опробован специально для определения ММТ в бензине в указанном диапазоне концентраций. К другим пределам концентраций для определения ММТ в других веществах или для определения других соединений марганца в бензине применение метода не было опробовано.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

2.1 Стандарты ASTM[1)]

ASTM D 1319 Test method for hydrocarbon types in liquid petroleum products by fluorescent indicator adsorptions (Метод определения типов углеводородов в жидких нефтепродуктах флуоресцентной индикаторной адсорбцией)

ASTM D 4057 Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 4177 Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products (Практика автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 6299 Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance (Практика применения статистических методов контроля качества и контрольных диаграмм для оценки работы аналитической измерительной системы)

ASTM D 6300 Practice for determination of precision and bias data for use in test methods for petroleum products and lubricants (Практика определения данных прецизионности и смещения для использования в методах испытаний нефтепродуктов и смазочных материалов)

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

ASTM D 6792 Practice for quality system in petroleum products and lubricants testing laboratories (Практика для системы контроля качества в испытательных лабораториях нефтепродуктов и смазочных материалов)

ASTM D 7740 Practice for optimization, calibration and validation of atomic absorption spectrometry for metal analysis of petroleum products and lubricants (Практика оптимизации, калибровки и надежности атомно-абсорбционной спектрометрии для анализа металлов в нефтепродуктах и смазочных материалах)

3 Сущность метода

3.1 Образец бензина обрабатывают бромом и разбавляют метилизобутилкетоном. Концентрацию марганца в образце определяют атомно-абсорбционной спектрометрией с использованием ацетиленовоздушного пламени при 279,5 нм и стандартных растворов, приготовленных из стандартного марганецорганического соединения.

3.2 В ASTM D 7740 приведены протоколы по использованию атомно-абсорбционной спектрометрии.

4 Назначение и применение

4.1 Некоторые марганецорганические соединения при введении в бензин действуют как антидетонационные присадки. Настоящий метод испытания позволяет определить концентрацию таких соединений в образце бензина.

5 Аппаратура

5.1 Атомно-абсорбционный спектрометр с возможностью расширения шкалы, оснащенный трубкой с полым катодом для контроля абсорбции марганца при 279,5 нм, щелевой горелкой предварительного смешивания с вращающейся головкой и регулируемым распылителем.

Предупреждение — Опасен для здоровья. Потенциально токсичен и взрывоопасен. По вопросам безопасности следует обращаться к инструкциям изготовителя прибора.

5.2 Флаконы вместимостью 40 $см^3$ с крышками с полиэтиленовыми или ТФЭ-фторуглеродными прокладками или стеклянными пробками.

5.3 Градуированная пипетка вместимостью 1 $см^3$.

5.4 Микропипетка вместимостью 100 мкл типа Эппендорфа или аналогичная.

5.5 Автоматическая пипетка или эквивалентная пипетка, обеспечивающая подачу пробы по 9,0 $см^3$.

6 Реактивы

6.1 Чистота реактивов

Используют реактивы квалификации х. ч. Если нет других указаний, реактивы должны соответствовать спецификациям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества (ACS)[2)]. Допускается использовать реактивы другой квалификации при условии, что они не снижают точность определения.

6.2 Раствор брома

Бром, х. ч., смешивают с равным объемом циклогексана.

Предупреждение — При контакте с кожей бром может вызывать сильные и болезненные ожоги. Вместе с другими мерами безопасности при приготовлении раствора брома необходимо использовать защитные перчатки. Приготовление, хранение брома, а также работу с ним следует проводить в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу.

[2)] Reagent Chemicals, American Chemical Society Specificatios, American Chemical Society, Washigton, D.C. (Химические реактивы. Спецификация Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества, — см. Analar Snandards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. (Чистые образцы для лабораторных химикатов), а также the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD. (Фармакопея США и национальный фармакологический справочник).

6.3 Стандартный раствор с концентрацией марганца 400 мг/дм^3

Растворяют соответствующее количество марганецсодержащего органического соединения в метилизобутилкетоне для получения стандартного раствора с концентрацией марганца, равной 400 мг/дм^3.

6.4 Стандартные растворы с концентрацией марганца 4,0; 10,0; 20,0 и 40,0 мг/дм^3

Для получения необходимых стандартных растворов марганца меньшей концентрации разбавляют стандартный раствор с концентрацией марганца 400 мг/дм^3 метилизобутилкетоном, используя мерную химическую стеклянную посуду.

6.5 Марганецсодержащее органическое соединение в качестве стандарта

Было установлено, что пригодны предварительно приготовленные имеющиеся в продаже исходные растворы марганецсодержащих органических соединений.

6.6 Метилизобутилкетон, х. ч.

Предупреждение — Метилизобутилкетон воспламеняем, пары вредны для здоровья.

Предупреждение — Растворы ММТ в бензине, если подвергаются воздействию света, химически нестабильны. Если образец бензина подвергается воздействию света до стабилизации во время анализа, могут быть получены неточные результаты.

6.7 Образцы контроля качества (образцы QC)

Предпочтительны порции одного или более продуктов на основе бензина, которые являются стабильными и представительными образцами в отношении испытуемых проб.

7 Отбор проб

7.1 Пробы бензина отбирают по ASTM D 4057 или ASTM D 4177 и сразу проводят анализ.

8 Калибровка

8.1 Приготовление рабочих стандартных растворов

Готовят четыре рабочих раствора, используя стандартные растворы с концентрацией марганца 4,0; 10,0; 20,0 и 40,0 мг/дм^3 (см. 6.4).

8.1.1 Используя микропипетку, вводят 100 мкл раствора брома в каждый из четырех отдельных флаконов.

8.1.2 В четыре флакона пипеткой вводят по 1 см^3 одного из четырех стандартных растворов марганца низкой концентрации. Смешивают с раствором брома круговыми движениями.

8.1.3 Вводят 9,0 см^3 метилизобутилкетона в каждый флакон. Хорошо перемешивают. Полученный раствор десятикратного разбавления стандартных растворов марганца низкой концентрации аналогичен конечному разбавлению пробы.

8.2 Подготовка прибора

Устанавливают рабочий режим атомно-абсорбционного спектрометра в соответствии с рекомендациями изготовителя для контроля абсорбции марганца при 279,5 нм с использованием ацетиленовоздушного пламени. Настоящий метод испытания предполагает точное выполнение рабочих процедур. Из-за различий в конструкции спектрометров в данном методе нецелесообразно устанавливать точные установочные параметры работы приборов.

8.2.1 В пламя распылением вводят метилизобутилкетон. Для получения слабого несветящегося пламени с помощью распылителя регулируют скорости потоков образца, ацетилена и воздуха.

8.2.2 Вместе с метилизобутилкетоном в качестве холостой пробы по очереди распыляют четыре рабочих стандартных раствора.

Примечание 1 — Регистрируют интенсивность поглощения и проверяют эти данные на линейность. При нелинейности снова слегка регулируют скорости потоков образца и/или ацетилена и повторяют калибровку до достижения линейной зависимости. Вращением головки горелки, снижающим интенсивность поглощения, можно получить линейную зависимость.

Примечание 2 — Для охвата ожидаемого диапазона концентраций образцов можно использовать три рабочих стандарта. Следует принимать во внимание требуемые диапазоны содержания марганца в топливе. Например, использование стандартного рабочего раствора с высокой концентрацией марганца, равной 40,00 мг/дм^3, может быть необязательным.

9 Проведение испытаний

9.1 Вводят во флакон 100 мкл раствора брома.

9.2 Добавляют 1,0 $см^3$ образца бензина, хорошо перемешивают.

9.3 Добавляют 9,0 $см^3$ метилизобутилкетона, хорошо перемешивают.

9.4 Вводят рабочие стандартные растворы и испытуемый образец в пламя и записывают интенсивность поглощения каждого.

Примечание 3 — Интенсивности поглощения рабочих растворов и проб измеряют сразу, т. к. интенсивности поглощения со временем могут меняться.

10 Обработка результатов

10.1 Предпочтительна количественная оценка непосредственно по показаниям концентрации на приборе. Можно оценить количество по графику линейной зависимости значений интенсивности поглощения для стандартных рабочих растворов от концентрации марганца. По графику определяют значение концентрации марганца, соответствующее интенсивности поглощения образца бензина. Записывают содержание марганца в бензине с точностью до 0,1 $мг/дм^3$.

За отсутствие принимают концентрацию марганца менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (1.1).

11 Контроль качества

11.1 Анализируемый образец QC для подтверждения контроля качества выполнения испытания должен быть стабильным и представительным относительно испытуемого образца.

11.2 Если процедура контроля качества находится под контролем протоколов контроля качества/протоколов гарантии качества, их можно использовать для подтверждения надежности результатов испытаний.

11.3 Если протоколы контроля качества/протоколы гарантии качества, утвержденные для установленных условий испытаний, отсутствуют, для подтверждения надежности результатов испытания следует использовать приложение X1.

11.4 Дополнительные требования к протоколам контроля качества/протоколам гарантии качества установлены в ASTM D 6792.

12 Прецизионность и смещение

12.1 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода установлена по результатам статистического анализа межлабораторных исследований 11 образцов автомобильного бензина и охватывает содержание марганца в диапазоне концентраций от 0,25 до 40,00 $мг/дм^3$.

12.1.1 Повторяемость (сходимость) *r*

Расхождение результатов двух последовательных испытаний, полученных одним оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных условиях работы на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени работы при соблюдении нормальных и правильных условий выполнения метода испытания, может превышать значение, полученное по формуле (1), только в одном случае из двадцати:

$$0{,}3308\sqrt{(x + 0{,}1062)}, \quad (1)$$

где x — среднеарифметическое значение двух результатов, $мг/дм^3$.

12.1.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение результатов двух единичных и независимых испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение дли-

тельного времени при соблюдении нормальных и правильных условий выполнения метода испытания, может превышать значение, полученное по формуле (2), только в одном случае из двадцати:

$$1{,}650\ \sqrt{(x + 0{,}1062)}, \qquad (2)$$

где x — среднеарифметическое значение двух результатов, мг/дм^3.

12.2 Смещение

Смещение для процедуры настоящего метода не определено в связи с отсутствием соответствующего стандартного образца.

Приложение Х1
(справочное)

Контроль качества

Х1.1 Анализируя образец QC, по возможности типичный для анализируемых образцов продукта, подтверждают эксплуатационные характеристики прибора или выполнение процедуры испытания.

Х1.2 Перед проведением измерения пользователь настоящего метода должен определить среднее значение и допустимые пределы образца QC, используя ASTM D 6299, ASTM D 6300 и стандарт [1].

Х1.3 Для установления статистического контроля процесса испытания (ASTM D 6299, ASTM D 6300 и стандарт [1]) регистрируют результаты контроля качества образца QC и анализируют их с помощью контрольных карт или другой равноценной статистической процедуры. Должны быть исследованы причины появления любых выпадающих данных. Результаты исследования могут, но необязательно, указать на необходимость повторной калибровки прибора.

Х1.4 Если нет конкретных требований в стандарте на метод испытания, периодичность проведения испытания образца QC определяют значимостью качества проводимого измерения, а также стабильностью процесса испытания и требованиями потребителя. Обычно образец QC анализируют каждый день перед испытанием образцов. Периодичность испытаний образца QC увеличивают, если постоянно анализируют большое количество образцов. Если установлено, что испытание находится под статистическим контролем, можно уменьшить периодичность испытания образца QC. Прецизионность образцов QC периодически проверяют по ASTM D 6300.

Х1.5 Рекомендуется по возможности выбирать тип образца QC, представительный по отношению к анализируемым образцам. На период проведения испытаний следует обеспечить достаточное количество образцов QC однородных и стабильных при хранении.

Х1.6 Дополнительные процедуры по образцу QC и работа с контрольными диаграммами приведены в ASTM D 6299, ASTM D 6300 и стандарте [1].

Библиография

[1] ASTM MNL 7 Manual on presentation of data control chart analysis. 6th ed. Section 3. Control chart for individuals (Руководство по представлению данных графического анализа. Раздел 3. Индивидуальные контрольные карты)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ASTM D 1319—13 Метод определения типов углеводородов в жидких нефтепродуктах флуоресцентной индикаторной адсорбцией	NEQ	ГОСТ 31872—2012 Нефтепродукты жидкие. Определение группового углеводородного состава методом флуоресцентной индикаторной адсорбции
ASTM D 4057—12 Практика ручного отбора проб нефти и нефтепродуктов	—	*
ASTM D 4177—10 Практика автоматического отбора проб нефти и нефтепродуктов	—	*
ASTM D 6299—13 Практика применения статистических методов контроля качества и контрольных диаграмм для оценки работы аналитической измерительной системы	—	*
ASTM D 6300—13 Практика определения данных прецизионности и смещения для использования в методах испытаний нефтепродуктов и смазочных материалов	—	*
ASTM D 6792—13 Практика для системы контроля качества в испытательных лабораториях нефтепродуктов и смазочных материалов	—	*
ASTM D 7740—11 Практика оптимизации, калибровки и надежности атомно-абсорбционной спектрометрии для анализа металлов в нефтепродуктах и смазочных материалах	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 665.733:546.711:543.421:006.354 МКС 75.160.20 IDT

Ключевые слова: бензины, определение марганца, атомно-абсорбционная спектроскопия

Редактор *А.А. Бражников*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 22.06.2015. Подписано в печать 29.07.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 36 экз. Зак. 2609.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru