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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32514— 2013

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ

Фотоколориметрический метод определения железа

(EN 622-5:2009, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Стандарт разработан на основе ГОСТ Р 52530—2006 «Бензины автомобильные. Фотоколориметрический метод определения железа»

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1862-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32514—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2016 г.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2016

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

МКС 75.160.20

Поправка к ГОСТ 32514—2013 Бензины автомобильные. Фотоколориметрический метод определения железа

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Титульный лист	(EN 622-5:2009, NEQ)	—
Пункт 4.21	х.ч.	ч.д.а.

(ИУС № 5 2017 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ

Фотоколориметрический метод определения железа

Automotive gasolines. Photocolorimetric method of iron determination

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на автомобильные бензины, содержащие присадки (добавки) ферроценового типа, и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой концентрации железа в диапазоне от 0,01 до 0,10 г/дм^3.

В зависимости от состава всего пакета присадок предусмотрены следующие способы проведения испытаний:

А – определение массовой концентрации железа в бензине, содержащем ферроценовую присадку и не содержащем добавок аминного типа (АДА, ММА, экстралин и др.);

Б – определение массовой концентрации железа в бензине, содержащем добавку типа Феррада МАФ-К (ферроцены, ММА);

В – определение массовой концентрации железа в бензине, содержащем добавку МАФ-А (ферроцены, ММА, МТБЭ).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована ссылка на следующий межгосударственный стандарт:

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочного стандарта в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. 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 Аппаратура, реактивы, материалы

4.1 Спектрофотометр типа СФ или фотоколориметр типов КФК-2МП, ФЭК-М или другого типа с пределами измерения светопропускания от 100 % до 5 % (от 0 до 2 по шкале оптической плотности), с абсолютной погрешностью не более 1 % и ценой деления по шкале пропускания 0,5 %, обеспечивающий измерение оптической плотности в области (420 ± 20) нм.

4.2 Весы аналитические с пределом взвешивания 200 мг и допускаемой погрешностью не более ± 0,2 мг.

4.3 Электроплитка или песчаная баня.

4.4 Колбы конические КН-1-100-18.

4.5 Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см^3.

4.6 Пипетки 1-2-2-1, 1-2-2-5, 1-2-2-10.

4.7 Цилиндры мерные 2-25, 2-50 или 3-25, 3-50.

4.8 Кюветы для фотоколориметра с длиной оптического пути 30 мм.

4.9 Воронка типа ВД-1-100 ХС.

4.10 Стакан В-1-100 ТС или Н-1-100.

4.11 Кислота щавелевая квалификации х. ч. или ч. д. а.

4.12 Натрий хлористый квалификации х. ч.

4.13 Спирт этиловый ректификованный технический.

4.14 Вода дистиллированная, pH 5,4 – 6,6.

4.15 Калий двухромовокислый.

4.16 Кислота серная плотностью 1,84 г/ $см^3$ квалификации х. ч.

4.17 Смесь хромовая (раствор калия двухромовокислого с массовой долей 5% в серной кислоте плотностью 1,84 г/$см^3$), приготовленная по ГОСТ 4517.

4.18 Раствор серной кислоты плотностью 1,84 г/$см^3$ в дистиллированной воде в соотношении 1:4 (по объему).

4.19 Кислота соляная квалификации х. ч.

4.20 Кислота азотная квалификации х. ч.

4.21 Кислота сульфосалициловая квалификации х. ч. 10 %-ный раствор.

4.22 Пероксид водорода квалификации х. ч. 30 %-ный раствор.

4.23 Аммиак водный квалификации х. ч.

4.24 Железо особой чистоты, или квасцы железоаммонийные квалификации х. ч., или соль Мора квалификации ч. д. а.

4.25 Бумажные фильтры "синяя лента".

4.26 Набор гирь.

4.27 Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (105 ± 5) °С.

Допускается применение аналогичных средств измерения, реактивов и аппаратуры по классу точности и чистоте не ниже предусмотренных стандартом.

5 Подготовка к испытанию

5.1 Стеклянную лабораторную посуду, используемую для испытаний, обрабатывают хромовой смесью, промывают горячей водопроводной водой, дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу.

5.2 Спектрофометр или фотоэлектроколориметр готовят согласно инструкции по эксплуатации и устанавливают на длину световой волны (420 ± 20) нм, соответствующую максимуму поглощения для исследуемых растворов.

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

Две кюветы считают пригодными для работы в паре, если разность измеряемых значений оптической плотности не превышает 0,02. Для последующих измерений кюветы промывают дистиллированной водой, затем этиловым спиртом или промывают исследуемым раствором.

5.4 Приготовление растворов железа

5.4.1 Приготовление раствора А

В стакан вместимостью 100 $см^3$ помещают (0,1000 ± 0,0001) г железа (4.24) и 20 $см^3$ раствора серной кислоты (4.18). При слабом нагревании на электроплитке растворяют железо в растворе кислоты, приливают 5 $см^3$ соляной кислоты, затем 3 – 5 $см^3$ азотной кислоты и охлаждают до температуры окружающей среды.

Стандартный раствор железа количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

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

5.4.2 Приготовление раствора А из солей железа

0,8640 г железоаммонийных квасцов или 0,7021 г свежеперекристаллизованной соли Мора (в пересчете на 100 %-ный реактив) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в дистиллированной воде. Затем раствор подкисляют 5 $см^3$ концентрированной серной кислоты, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

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

5.4.3 Приготовление раствора Б

10 $см^3$ раствора А, приготовленного по 5.4.1, 5.4.2, помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

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

Раствор Б готовят непосредственно перед проведением градуировки спектрофотометра или фотоколориметра.

5.5 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ 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 каждую колбу приливают по 10 $см^3$ 10 %-ного раствора сульфосалициловой кислоты, 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.

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

За оптическую плотность раствора принимают среднеарифметическое значение двух последовательных измерений, расхождение между которыми не должно превышать 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

На основании полученных результатов строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массовой концентрации железа в растворах в мг, а на оси ординат – соответствующие им значения оптической плотности.

5.6 Приготовление экстрагирующего раствора (экстрагента)

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

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают приблизительно 50 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют 17 $см^3$ серной кислоты (плотностью 1,84 $г/см^3$), охлаждают до температуры окружающей среды, добавляют 11,5 $см^3$ 30 %-ного пероксида водорода, перемешивают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения экстрагирующего раствора – не более 1 недели со дня приготовления.

6 Проведение испытаний

6.1 Способ А

6.1.1 Фильтруют 20 $см^3$ образца исследуемого бензина через бумажный фильтр «синяя лента». В коническую колбу вместимостью 100 $см^3$ наливают 10 $см^3$ экстрагента и пипеткой, в соответствии с таблицей 2, вносят профильтрованный образец бензина.

Таблица 2 – Объем пробы бензина, используемый для испытания

Предполагаемая концентрация железа, $г/дм^3$	Объем образца бензина, $см^3$
До 0,015	4,0
От 0,015 до 0,025 включ.	2,0
» 0,025 » 0,060 »	1,0
Св. 0,060	0,5

6.1.2 Осторожно нагревают колбу на электроплитке 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 (10 – 15 мин). При этом железо переходит в нижний слой – экстракт.

6.1.3 Охлаждают экстракт и переносят количественно из конической в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Прибавляют 10 см^3 10 %-ного раствора сульфосалициловой кислоты и 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.

6.1.4 Определяют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре типа СФ 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.

6.2 Способ Б

Помещают 25 см^3 исследуемого бензина в делительную воронку и промывают 5 – 6 раз по 2 – 3 мин порциями по 25 см^3 1 %-ной щавелевой кислоты, затем 1 раз дистиллированной водой.

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

Далее испытание проводят по 6.1.2 – 6.1.4.

6.3 Способ В

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

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

Далее испытание проводят по 6.1.2 - 6.1.4.

7 Оформление результатов

7.1 Вычисляют массовую концентрацию железа в бензине C, мг/см^3, по формуле

$$C = \frac{m}{V},$$

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

V – объем испытуемой пробы бензина, см^3.

Записывают результат в миллиграммах на дециметр кубический.

За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение двух последовательных измерений (двух единичных результатов).

За отсутствие принимается концентрация железа менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (1.1).

8 Прецизионность метода

8.1 Повторяемость (сходимость) *r*

Степень близости друг к другу независимых результатов испытаний, полученных одним и тем же методом на идентичном материале в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах короткого промежутка времени.

8.1.1 Предел повторяемости (сходимости) r

Абсолютное значение разности двух единичных результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости с доверительной вероятностью 95 %, составляет 0,003 г/дм^3.

8.2 Воспроизводимость *R*

Степень близости друг к другу независимых результатов испытаний, полученных одним и тем же методом на идентичном материале в разных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования.

8.2.1 Предел воспроизводимости R

Абсолютное значение разности двух результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости с доверительной вероятностью 95 %, составляет 0,005 г/дм^3.

УДК 665.733.5:543.48:006.354 МКС 75.160.20

Ключевые слова: автомобильные бензины, фотоколориметрический метод определения железа

Подписано в печать 11.10.2016. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 0,93. Тираж 10 экз. Зак. 2513.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru