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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32350— 2013

БЕНЗИНЫ

Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены 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 Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно–исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 октября 2013 г. № 60-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	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 3237–06 Standard test method for lead in gasoline by atomic absorption spectroscopy (Стандартный метод определения свинца в бензине атомно-абсорбционной спектроскопией).

Стандарт ASTM разработан подкомитетом D02.03 по элементному анализу комитета ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM).

Перевод с английского языка (en).

Настоящий стандарт подготовлен на основе ГОСТ Р 51942–2002 «Бензины. Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии».

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

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

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

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 719-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32350–2013 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 32350—2013 Бензины. Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

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

(ИУС № 5 2019 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИНЫ

Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Gasolines. Determination of lead by method of atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает определение общего содержания свинца в диапазоне концентраций от 2,5 до 25 мг/дм^3 (от 0,010 до 0,10 г/галлон) в бензине любого состава независимо от типа алкилата свинца методом атомно-абсорбционный спектрометрии.

Значения, приведенные в граммах на галлон, рассматривают как стандартные в Соединенных Штатах Америки. В других странах могут быть использованы другие единицы измерения.

Настоящий стандарт не ставит своей целью рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Специальные указания по технике безопасности приведены в 6.6 и 6.8.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения)[1)].

ASTM D 1193 Standard specification for reagent water (Стандартная спецификация на реактив воду)

ASTM D 1368 Test method for trace concentrations of lead in primary reference fuels (Метод определения следовых количеств свинца в первичных эталонных топливах)[2)]

ASTM D 2550 Test method for water separation characteristics of aviation turbine fuels (Метод определения характеристик отделения воды от авиационных турбинных топлив)[2)]

ASTM D 3116 Test method for trace amounts of lead in gasoline (Метод определения следовых количеств свинца в бензине)[2)]

ASTM D 4057 Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 6299 Standard practice for applying statistical quality assurance techniques to evaluate analytical measurement system performance (Стандартная практика применения статистических методов оценки качества работы аналитических измерительных систем).

3 Сущность метода

3.1 Пробу бензина разбавляют метилизобутилкетоном и обрабатывают йодом и солью четвертичного аммония. Содержание свинца в пробе определяют методом атомно-абсорбционной пламенной спектрометрии при длине волны 283,3 нм, используя стандарты, приготовленные из хлорида свинца класса х.ч. При применении такой обработки все алкильные производные свинца дают идентичный сигнал.

[1)] По вопросу стандартов ASTM следует посетить ASTM website, gost.e-ecolog.ru ратиться к службе ASTM по работе с клиентами на gost.e-ecolog.ru носительно тома ежегодного сборника стандартов ASTM следует обратиться на страницу ASTM Website standard's Document Summary.

[2)] Отменен.

4 Назначение и использование

4.1 Настоящий метод испытания применяют для определения следовых количеств свинца в неэтилированных бензинах.

5 Оборудование

5.1 Атомно-абсорбционный спектрометр, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 283,3 нм, расширение и регулирование распылителя, оборудованный щелевой горелкой и камерой предварительного перемешивания для использования воздушно-ацетиленового пламени.

5.2 Мерные колбы вместимостью 50, 100, 250 $см^3$ и 1 $дм^3$.

5.3 Пипетки вместимостью 2, 5, 10, 20 и 50 $см^3$.

5.4 Микропипетки Эппендорфа вместимостью 100 мкл или аналогичные.

6 Реактивы

6.1 Чистота реактивов

Во всех испытаниях используют реактивы квалификации х.ч.

Если нет других указаний, считается, что все реактивы соответствуют требованиям комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества[3)].

6.2 Чистота воды

Если нет других указаний, используют воду класса II или III по ASTM D 1193.

6.3 Трикаприлметиламмония хлорид (Аликвот 336)

6.4 Раствор Аликвота 336 в метилизобутилкетоне (МИБК), 10 % об.

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

6.5 Раствор Аликвота 336 в МИБК, 1 % об.

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

6.6 Раствор йода

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

Предупреждение – Огнеопасен. Пары вредны.

6.7 Хлорид свинца ($PbCl_2$)

6.8 Бензин, не содержащий свинец

Бензин, содержащий менее 1,32 мг/$дм^3$ свинца (0,005 г/галлон).

Предупреждение – Особенно огнеопасен. Вреден при вдыхании. Пары могут воспламениться.

Примечание – Для подтверждения концентраций свинца менее 1,32 мг/$дм^3$ (0,005 г/галлон) используют методы ASTM D 1368 и ASTM D 3116. Метод очистки газотурбинного топлива приведен в ASTM D 2550 (приложение X4) и может быть использован для получения бензина, не содержащего свинец, из бензина с низким содержанием свинца.

6.9 Стандартный раствор свинца 1,32 г Pb/$дм^3$ (5,0 г Pb/галлон)

В мерной колбе вместимостью 250 $см^3$ растворяют 0,4433 г хлорида свинца ($PbCl_2$), предварительно высушенного при температуре 105 °С в течение 3 ч, в 200 $см^3$ 10%-ного раствора Аликвота 336 в МИБК. Разбавляют до метки 10%-ным раствором Аликвота 336, перемешивают и хранят в бутылке из коричневого стекла с пробкой, имеющей полиэтиленовое покрытие. Такой раствор содержит 1321 мкг Pb/$см^3$, который эквивалентен 5,0 г Pb/галлон.

6.10 Стандартный раствор свинца 264 мг Pb/$дм^3$ (1,0 г Pb/галлон)

Пипеткой точно помещают 50,0 $см^3$ раствора 1,32 г Pb/$дм^3$ (5,0 г Pb/галлон) в мерную колбу вместимостью 250 $дм^3$, разбавляют до метки раствором 1%-ного Аликвота 336 в МИБК. Хранят в бутылке из коричневого стекла с пробкой, имеющей полиэтиленовое покрытие.

[3)] *Reagent Chemicals, American Chemical Society Specificatios*, American Chemical Society, Washigton, D.C. (Химические реактивы. Спецификация Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Для проверки реактивов, не включенных 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).

6.11 Стандартные растворы свинца 5,3, 13,2 и 26,4 мг Pb/дм^3 (0,02; 0,05; 0,10 г Pb/галлон)

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая пипетками вместимостью 2,0, 5,0 и 10,0 см^3 точно помещают указанные количества стандартного раствора свинца 264 мг Pb/дм^3 (1,0 г Pb/галлон), добавляют в каждую колбу 5,0 см^3 1%-ного раствора Аликвота 336 в МИБК, доводят объем МИБК до метки, хорошо перемешивают и хранят в бутылках с пробками, имеющими полиэтиленовое покрытие.

6.12 МИБК (Метилизобутилкетон) – 4-метил-2-пентанон.

6.13 Пробы для контроля качества (пробы QC), представляющие собой одну или более частей жидкого нефтепродукта, являющиеся стабильными и представительными. Пробы QC можно использовать для контроля процесса испытаний, как описано в разделе 11.

7 Отбор проб

7.1 Отбор проб – по ASTM D 4057.

7.2 Пробу отбирают в металлический контейнер, который должен быть герметизирован, и хранят в условиях, близких к условиям испытания.

8 Калибровка

8.1 Приготовление рабочих стандартов

Готовят три рабочих стандарта и холостую пробу, используя стандартные растворы свинца по 6.11: 5,3; 13,2 и 26,4 мг Pb/дм^3 (0,02; 0,05; 0,10 г Pb/галлон).

8.1.1 В каждую из четырех мерных колб вместимостью 50 см^3, содержащую по 30 см^3 МИБК, добавляют 5,0 см^3 раствора стандарта 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.

8.1.2 Сразу же микропипеткой Эппендорфа вместимостью 100 мкл вводят в каждую колбу 0,1 см^3 раствора йода в толуоле. Тщательно перемешивают и выдерживают в течение 1 мин.

8.1.3 Затем добавляют в каждую колбу 5 см^3 1%-ного раствора Аликвота 336 в МИБК. Доводят объем до метки МИБК и хорошо перемешивают содержимое колб.

8.2 Подготовка прибора

Оптимизируют работу атомно-абсорбционного спектрометра для определения свинца при длине волны 283,3 нм. Используя холостую пробу, регулируют газовую смесь и скорость ввода пробы (всасывания) для получения окисляющего пламени, при котором топливо медленно подается и появляется голубое окрашивание.

8.2.1 Вводят рабочий стандарт 26,4 мг Pb/дм^3 (0,1 г Pb/галлон) и регулируют положение горелки для обеспечения максимального сигнала. Некоторые приборы требуют расширения шкалы для проведения регистрации абсорбции от 0,150 до 0,170 для данного стандарта.

8.2.2 Вводят холостую пробу для установления прибора на нуль и проверяют линейность сигнала поглощения (абсорбции) для трех рабочих стандартов.

9 Проведение испытания

9.1 В мерную колбу вместимостью 50 см^3, содержащую 30 см^3 МИБК, добавляют 5,0 см^3 пробы бензина и перемешивают.

9.1.1 Пипеткой добавляют 0,10 см^3 (100 мкл) раствора йода в толуоле и выдерживают смесь в течение 1 мин.

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

9.1.3 Доводят объем в мерной колбе до нужного объема с помощью МИБК и перемешивают.

9.2 Вводят пробы и рабочие стандарты и регистрируют значения абсорбции, проверяя нулевое значение спектрометра.

10 Расчеты

10.1 Строят график зависимости значений абсорбции от концентрации свинца в рабочих стандартах, а затем по графику рассчитывают концентрацию свинца в пробе.

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

11 Контроль качества

11.1 Подтверждают характеристики прибора или выполнение методики испытания, анализируя пробу QC (см. 6.13).

11.1.1 При наличии протоколов контроля качества проб (QC)/гарантии качества (QA) для данного типа испытательного оборудования данный контроль можно использовать для подтверждения надежности результатов испытаний.

11.1.2 После получения протокола QC/QA на испытательное оборудование можно использовать приложение X в качестве системы QC/QA.

12 Прецизионность и смещение

12.1 Прецизионность

Показатели прецизионности настоящего метода испытания, полученные статистическим исследованием результатов межлабораторных испытаний, имеют нижеследующие значения.

12.1.1 Повторяемость

Расхождение результатов двух последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором с использованием одной и той же аппаратуры при постоянных условиях на идентичной исследуемой пробе в течение длительного времени при нормальном и правильном применении настоящего метода испытаний, превышает значение 1,3 мг/дм^3 (0,005 г/галлон) только в одном случае из двадцати.

12.1.2 Воспроизводимость

Расхождение двух единичных и независимых результатов испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичной исследуемой пробе в течение длительного времени при нормальном и правильном применении настоящего метода испытаний, превышает значение 2,6 мг/дм^3 (0,01 г /галлон) только в одном случае из двадцати.

12.2 Смещение

Смещение для настоящего метода испытания было определено по результатам испытаний, полученным в двух отдельных лабораториях, при анализе сертифицированных стандартных образцов (таблица 1).

Таблица 1

В граммах на галлон

Обозначение пробы	Сертифицированное значение свинца	Результаты испытаний	
		Лаборатория 1	Лаборатория 2
SRM2712	0,031	0,032; 0,033	0,034; 0,033
SRM2713	0,052	0,051; 0,054	0,050; 0,051
SRM2714	0,075	0,077; 0,079	–

Полученные значения находятся в пределах повторяемости метода испытания и свидетельствуют об отсутствии смещения[4)].

[4)] Подтверждающие данные находятся в ASTM Headquarters и могут быть получены по запросу отчета RR: D02-1376.

Приложение X
(справочное)

Проведение контроля качества

X1.1 Подтверждают характеристики прибора или проведения испытаний, анализируя пробы QC.

X1.2 Прежде чем проводить контроль испытаний пользователь метода должен определить среднее значение и проверить предельные значения пробы QC (см. ASTM D 6299)[5].

X1.3 Регистрируют результаты QC и проводят анализ контрольных карт или других статистически эквивалентных процедур для контроля всего процесса проведения испытаний (см. ASTM D 6299)[5),6)]. Исследуют основные причины появления неконтролируемых данных. Результаты данного исследования могут привести к повторной калибровке прибора.

X1.4 Периодичность проведения проверки QC зависит от критичности измерений, необходимой стабильности процесса испытаний и требований потребителя. Обычно пробу QC анализируют каждый день при проведении испытаний наряду с испытанием обычных проб. Периодичность QC должна быть увеличена, если анализируют большое число рабочих проб. Если установлено, что испытание находится под статистическим контролем, периодичность проведения QC может быть уменьшена. Показатели прецизионности, полученные при проверке пробы QC,

X1.5 Рекомендуется, по возможности, чтобы пробы QC, подвергаемые регулярным испытаниям, были представительными по отношению к обычно анализируемым веществам. Проба QC должна быть представлена в достаточном количестве на период проведения испытаний, быть однородной и устойчивой в предполагаемых условиях хранения.

X1.6 Смотри сноски[5), 6)] для дальнейших указаний о QC и методах использования контрольных карт.

[5)] ASTM MNL 7 Руководство по представлению данных анализа с помощью контрольных карт, 6-е издание, раздел 3, ASTM International, W. Conshohocken, PA.

[6)] При отсутствии подробных требований, представленных в данном методе, следует руководствоваться указаниями данного пункта по частоте проведения QC.

должны периодически контролироваться на соответствие показателям прецизионности метода ASTM для обеспечения качества получаемых результатов (см. ASTM D 6299)[5].

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ASTM D 1193–06(2011) Спецификация на реактив воду	–	*
ASTM D 4057-06(2011) Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов	–	*
ASTM D 6299-10e1 Стандартная практика применения статистических методов оценки качества работы аналитических измерительных систем	–	*
* 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.		

УДК 662.753.1:006.354 МКС 75.160.20 IDT

Ключевые слова: бензины, определение свинца, атомно-абсорбционная спектрометрия

Подписано в печать 05.10.2016. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 8 экз. Зак. 2483.

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