ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54278— 2010

БЕНЗИН АВТОМОБИЛЬНЫЙ

Методы определения свинца рентгеновской спектроскопией

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2010 г. № 1114-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 5059—07 «Определение свинца в бензине методами рентгеновской спектроскопии» (ASTM D 5059—07 «Standard test methods for lead in gasoline by X-ray spectroscopy»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов АСТМ соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «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, 2012

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 методов испытания . . . 2
4 Значение и применение . . . 2
Метод А. Метод определения высокой концентрации свинца с использованием раствора висмута в качестве внутреннего стандарта . . . 2
5 Аппаратура . . . 2
6 Реактивы и материалы . . . 3
7 Калибровка . . . 3
8 Контроль качества . . . 4
9 Проведение испытания . . . 4
10 Оформление результатов испытания . . . 4
Метод В. Метод рассеянной радиации вольфрама . . . 5
11 Аппаратура . . . 5
12 Реактивы и материалы . . . 5
13 Калибровка . . . 5
14 Контроль качества . . . 6
15 Проведение испытания . . . 6
16 Оформление результатов . . . 6
Метод С. Метод определения низкой концентрации свинца . . . 6
17 Аппаратура . . . 6
18 Реактивы и материалы . . . 6
19 Калибровка . . . 6
20 Контроль качества . . . 7
21 Проведение испытания . . . 7
22 Калибровка . . . 7
23 Оформление результатов . . . 8
24 Прецизионность и отклонение . . . 8
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) . . . 9

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕНЗИН АВТОМОБИЛЬНЫЙ

Методы определения свинца рентгеновской спектроскопией

Motor gasoline. Methods for determination of lead by X-ray spectroscopy

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на автомобильный бензин и устанавливает методы определения общего содержания свинца в диапазоне концентраций от 0,0026 до 1,32 г Pb/дм^3 [или от 0,010 до 5,0 г Pb/американский галлон (амер. галлон), от 0,012 до 6,0 г Pb/английский галлон (англ. галлон)].

1.1.1 Методы испытания А и В предназначены для диапазона концентраций от 0,026 до 1,321 г Pb/дм^3 (от 0,10 до 5,0 г Pb/амер. галлон).

Метод испытания С — для диапазона концентраций от 0,0026 до 0,1321 г Pb/дм^3 (от 0,010 до 0,50 г Pb/амер. галлон).

1.1.2 Настоящие методы испытания учитывают все изменения в композиции бензина и не зависят от типа алкилсвинца.

1.2 Метод А — см. разделы 5—10.

Метод В — см. разделы 11—16.

Метод С — см. разделы 17—23.

1.3 Значения, установленные в единицах СИ, следует считать стандартными. В других странах могут использоваться другие единицы. Выражение значений в граммах на американский галлон является предпочтительным в США.

1.4 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья персонала, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Особые случаи опасности указаны в разделах 5,6,11 и 18.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

АСТМ Д 3341 Определение свинца в бензине. Метод с использованием монохлорида йода (ASTM D 3341, Standard test method for lead in gasoline — Iodine monochloride method)

АСТМ Д 4057 Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов (ASTM D 4057, Standard practice for manual sampling of petroleum and petroleum products)

АСТМ Д 6299 Руководство по применению статистических приемов гарантии качества для оценки работы систем аналитического измерения (ASTM D 6299, Standard practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance)

АСТМ Д 6972 Руководство по системе качества в лабораториях испытания нефтепродуктов и смазочных материалов (ASTM D 6972, Standard practice for quality system in petroleum products and lubricants testing laboratories)

Издание официальное

3 Сущность методов испытания

3.1 Стандарт включает следующие методы испытаний:

3.1.1 Метод А. Метод определения высокой концентрации свинца с использованием раствора висмута в качестве внутреннего стандарта

Один объем образца тщательно смешивают с равным объемом раствора висмута (внутреннего стандарта). Смесь помещают в пучок рентгеновских лучей и определяют интенсивность L-α_1 излучения свинца при длине волны 1,175 Å и интенсивность L-α_1 излучения висмута при длине волны 1,144 Å. Концентрацию свинца в образце измеряют сравнением соотношения общих скоростей счета при 1,175 Å и при 1,144 Å с теми же самыми соотношениями на предварительно подготовленной калибровочной кривой концентрации.

3.1.2 Метод В. Метод рассеянного излучения вольфрама

Испытывая образец, получают соотношение интенсивности рентгеновских лучей L-α_1 излучения свинца к чистой интенсивности, которое не совпадает с рассеянным излучением L-α_1 вольфрама. Умножая это соотношение на калибровочный коэффициент, полученный с помощью стандартного свинцового раствора, определяют содержание свинца.

3.1.3 Метод С. Метод определения низкой концентрации свинца с использованием раствора висмута в качестве внутреннего стандарта

Образец объемом 20 $см^3$ тщательно смешивают с 2 $см^3$ раствора висмута (внутреннего стандарта). Смесь помещают в пучок рентгеновских лучей спектрометра и определяют интенсивность L-α_1 излучения свинца при длине волны 1,175 Å, интенсивность L-α_1 излучения висмута при длине волны 1,144 Å и фон при длине волны 1,194 Å. По этой же процедуре проводят контрольный (холостой) опыт на образце, приготовленном из изооктана и внутреннего стандарта висмута. Концентрацию свинца измеряют, определяя соотношение чистой скорости счета при 1,175 Å к общей скорости при 1,144 Å для образца, вычитая из определенного соотношения аналогичное соотношение, полученное для холостого опыта, и сравнивая с соотношениями, полученными на предварительно подготовленной калибровочной кривой.

4 Значение и применение

4.1 Настоящими методами испытания определяют концентрацию свинца в присадках к бензину. Эти присадки на основе алкилсвинца улучшают антидетонационные свойства.

4.2 Метод С используют для определения следовых количеств свинца в бензинах, в которых содержание свинца в соответствии с федеральным регулированием нормируется как «отсутствие».

Метод А. Метод определения высокой концентрации свинца с использованием раствора висмута в качестве внутреннего стандарта

5 Аппаратура

5.1 Рентгеновский спектрометр, способный обеспечивать измерение излучений по 3.1.1, со следующими характеристиками (или любой другой, дающий эквивалентные результаты):

- напряжение в лампе — 50 кВ;
- ток в лампе — 20 — 45 мА;
- анализирующий кристалл – фторид лития (LiF);
- оптический путь — воздух, гелий (**Предупреждение** — Сжатый газ под давлением);
- детектор — пропорциональный или сцинтилляционный.

Примечание 1 — Рентгеновский спектрометр и способ его применения должны соответствовать правилам использования оборудования с ионизирующим излучением или рекомендациям Международной комиссии по радиологической защите.

6 Реактивы и материалы

6.1 Чистота реактивов

Во всех испытаниях следует использовать химические вещества класса х. ч. Можно использовать реактивы других классов чистоты при условии, что их применение не снизит точность определения.

6.2 Соединение висмута, растворимое в углеводородном растворителе.

Примечание 2 — Установлено, что для применения пригоден 2-этилгексоат висмута. Также можно использовать другие вещества, содержащие висмут и растворимые в углеводородном растворителе, если они сертифицированы в соответствии с 6.1.

6.3 Раствор висмута (внутренний стандарт). Соединение висмута разбавляют соответствующим углеводородным растворителем. При использовании 2-этилгексоата висмута в качестве стабилизатора добавляют 2-этилгексановую кислоту (примечание 2), чтобы получить раствор, содержащий: 0,793 г Bi/дм^3 при 15,5 °С [(3,00 г Bi/амер. галлон при 15,5 °С (60 °F) или 3,60 г Bi/англ. галлон при 15,5 °С (60 °F)].

Примечание 3 — При проведении испытаний имели место некоторые трудности со стабильностью раствора внутреннего стандарта 2-этилгексоата висмута. Если стандартный раствор был приготовлен смешением и содержал 5 % 2-этилгексановой кислоты, то стандарт сохранялся почти неограниченное время. 2-Этилгексановая кислота стабилизирует раствор 2-этилгексоата висмута в изооктане, толуоле и бензоле, которые стабильны в течение только одного или двух дней. Нормальная октановая кислота не стабилизирует раствор.

6.4 Изооктан (**Предупреждение** — Крайне опасен).

6.5 Растворитель, обеспечивающий растворение соединения висмута для внутреннего стандарта. Выявлено, что для применения пригодны смешанные ксилолы и додекан.

6.6 Соединение свинца, растворимое в углеводороде, — тетраэтилсвинец (ТЭС) или соединение, содержащее свинец (например, нафтенат свинца), с сертифицируемой концентрацией свинца.

6.7 Стандартный раствор свинца (Pb): растворяют тетраэтилсвинец (ТЭС) (**Предупреждение** — ТЭС токсичен при попадании внутрь), нафтенат свинца (примечание 4) или другое соответствующее соединение, содержащее свинец, в изооктане (**Предупреждение** — Чрезвычайно огнеопасен), толуоле или смеси этих двух растворителей. Данный стандартный раствор должен содержать точно известную концентрацию свинца, приблизительно равную 1,3 г Pb/дм^3 при 15,5 °С [5,0 г Pb/амер. галлон при 15,5 °С (60 °F) или 6,0 г Pb/англ.галлон при 15,5 °С (60 °F)].

6.7.1 Если стандартный раствор не используют, то его хранят охлажденным.

Примечание 4 — Доказано, что раствор нафтената свинца с такой же концентрацией свинца пригоден в качестве калибровочного раствора. Концентрированный ТЭС не используют для приготовления стандартных растворов. Концентрированный раствор чрезвычайно токсичен, чтобы с ним можно было безопасно работать в обычных лабораторных условиях.

Примечание 5 — Когда стандартный раствор свинца приготовлен с ТЭС, концентрацию свинца можно определить по методу испытания АСТМ Д 3341.

6.8 Толуол (**Предупреждение** — Воспламеняем. Пары вредны).

7 Калибровка

7.1 Разбавляют стандартный раствор свинца (Pb) толуолом, изооктаном или смесью этих растворителей так, чтобы получить растворы с концентрацией свинца 0,025; 0,264; 0,529; 0,793; 1,057; 1,322 г Pb/дм^3 при 15,5 °С [или 0,10; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00 и 5,00 г Pb/амер. галлон при 15,5 °С (60 °F) или 0,10; 1,00; 2,50; 3,50; 5,00 и 6,00 г Pb/англ. галлон при 15,5 °С (60 °F)].

7.2 Все растворы свинца и висмута (внутреннего стандарта) должны достичь комнатной температуры.

7.3 Пипеткой аккуратно вводят 10 см^3 раствора каждого стандарта в отдельную стеклянную бутылку или колбу с притертой пробкой и добавляют равный, точно измеренный объем раствора висмута (внутреннего стандарта) в каждую емкость. Тщательно перемешивают.

7.4 Помещают один из этих растворов в ячейку для образца в соответствии с правилами работы на спектрометре. Ячейку помещают в прибор и позволяют параметрам атмосферы спектрометра достичь равновесия. Определяют скорость счета на L-α_1 линии свинца (1,175 Å) и L-α_1 линии висмута (1,144 Å).

Примечание 6 — По возможности, на каждой линии собирают не менее 100000 импульсов. Когда чувствительность или концентрация, или и то и другое не позволяют собрать так много импульсов, следует использовать технику, допускающую наибольшую статистическую прецизионность за время, определенное для каждого анализа. При определении скорости счета следует учитывать стабильность образца. Следует соблюдать вариацию в скоростях счета, и если скорость счета имеет тенденцию идти только в одном направлении, то, возможно, образец разлагается. Если это происходит, то следует уменьшить время счета в соответствии с приемлемой статистической прецизионностью.

7.5 Определяют отношение скоростей счета для свинца и висмута R каждого стандартного раствора по следующей формуле

$$R = \frac{A}{B}, \quad (1)$$

где A — скорость счета для свинца при 1,175 Å;

B — скорость счета для висмута при 1,144 Å.

7.6 Строят калибровочную кривую, устанавливающую соотношение между R и количеством свинца, выраженным в граммах на кубический дециметр (граммах на галлон).

Примечание 7 — Многие современные рентгеновские спектрометры вычерчивают и хранят калибровочную кривую, наклон и сопутствующую информацию в компьютерной системе прибора в качестве альтернативы к вычерчиванию этой информации вручную.

8 Контроль качества

8.1 Ежедневно подтверждают калибровку находящегося в работе прибора, анализируя образец контроля качества (образец QC), содержащий количественно определяемую концентрацию свинца, т. е. независимо от калибровочной кривой. Соответственно желательно анализировать дополнительные образцы QC, например, в начале и конце партии образцов или после определенного количества образцов, чтобы обеспечить качество результатов. Анализ результатов по этим образцам QC можно выполнить, используя технические приемы контрольных карт. Может потребоваться повторная калибровка прибора, когда результат образца QC приводит лабораторию к ситуации вне контроля, например превышение лабораторных контрольных пределов. Достаточный запас материала для образцов QC должен быть доступен для предназначенного периода применения, однороден и стабилен в используемых условиях хранения. По возможности образец QC должен быть представительным по отношению к обычно анализируемым образцам, и средние и контрольные пределы образца QC следует определять до проверки процесса измерения. Прецизионность образца QC должна быть проверена по прецизионности метода АСТМ, чтобы обеспечить качество данных. В АСТМ Д 6299 и АСТМ Д 6972 изложена дополнительная информация по контролю качества.

9 Проведение испытания

9.1 Образец отбирают в соответствии с АСТМ Д 4057 или требованиями национальных стандартов.

9.2 Готовят образцы для анализа, как указано в 7.3 и 7.4 для стандартных растворов свинца, и определяют соотношение R согласно 7.5.

9.3 Определяют содержание свинца в образцах, сравнивая полученные значения R с ранее определенной калибровочной кривой.

10 Оформление результатов испытания

10.1 Записывают полученное содержание свинца, выраженное в граммах Pb на кубический дециметр при 15,5 °С с точностью 0,003 г Pb/дм^3 [соответственно в г Pb/амер. галлон при 15,5 °С (60 °F) или г Pb/англ. галлон при 15,5 °С (60 °F) с точностью 0,01 г].

Примечание 8 — Следует учитывать, что один американский галлон равен 3,78543 дм^3, один английский галлон равен 4,546 дм^3, чтобы легко пересчитать содержание свинца в граммах на кубический дециметр в американские (г Pb/амер. галлон) и английские (г Pb/англ. галлон) единицы измерения при 15,5 °С (60 °F).

Метод В. Метод рассеянной радиации вольфрама

11 Аппаратура

11.1 Рентгеновский спектрометр, способный обеспечивать измерение излучений по 3.1.2, со следующими характеристиками (или любой другой прибор, дающий эквивалентные результаты):

- напряжение в лампе — 50 кВ;
- ток в лампе — 20—45 мА;
- приемная лампа — вольфрам;
- анализирующий кристалл — фторид лития (LiF);
- оптическая дорожка — воздух, гелий (**Предупреждение** — Сжатый газ под давлением);
- коллимация — точная;
- анализатор высоты импульса — устанавливают по возможности самое низкое разрешение прибора, чтобы избежать влияния шума на используемый детектор;
- детектор — пропорциональный или сцинтилляционный;
- техника счета — фиксированное время.

11.1.1 Период фиксированного времени имеет два ограничения: время равно 30 с или более и оно такое, что счет при минимальной интенсивности (фон при A = 1,211 Å) должен превышать 200000.

Примечание 9 — Рентгеновский спектрометр и способ применения должны соответствовать правилам применения ионизирующей радиации или рекомендациям Международной комиссии по радиологической защите, или и тому и другому.

12 Реактивы и материалы

12.1 Изооктан (**Предупреждение** — Крайне воспламеняем).

12.2 Стандартный раствор свинца: растворяют тетраэтилсвинец (ТЭС) (**Предупреждение** — ТЭС токсичен при попадании внутрь), нафтенат свинца (примечание 4) или другое соответствующее соединение, содержащее свинец, в изооктане (**Предупреждение** — Крайне воспламеняем), толуоле или смеси этих двух растворителей. При использовании ТЭС следует обратиться к примечанию 5. Этот стандартный раствор должен содержать точно известную концентрацию свинца, приблизительно равную 1,3 г Pb/дм^3 при 15,5 °С [5 г Pb/амер. галлон при 15,5 °С (60 °F) или 6 г Pb/англ. галлон при 15,5 °С (60 °F)].

12.2.1 Если стандартный раствор не используют, то его хранят в прохладном месте (холодильнике).

13 Калибровка

13.1 Помещают стандартный раствор свинца в ячейку для образца, используя технические приемы, предусмотренные при применении спектрометра. Ячейку помещают в пучок рентгеновских лучей, используя условия по разделу 11, и позволяют параметрам атмосферы спектрометра достичь равновесия. Считывают одно показание интенсивности на каждой из следующих установок длины волны, затем заменяют этот стандартный раствор свежей порцией и повторяют считывание показаний. Повторяют эту процедуру с изооктаном.

Аналитическая линия, свинец L-α_1	λ = 1,175 Å;
Падающее излучение WL-α_1 (некогерентное)	λ = 1,500 Å, значение, рассчитанное для 90 ° геометрии прибора (примечание 10);
Положение фона	λ = 1,211 Å.

Примечание 10 — Угол между падающей радиацией и выходным сигналом коллиматора, равный 90°, рассчитывают по уравнению Комптона

$$\text{Комптоновское рассеяние } \lambda' - \lambda = 0{,}024\,(1 - \cos\varphi), \qquad (2)$$

где λ' — длина волны некогерентного рассеянного излучения;

λ — длина волны падающего излучения WL-α_1;

φ — угол между падающим и рассеянным излучением.

13.2 Определяют скорректированный фон, умножая интенсивность фона при λ = 1,211 Å на следующее соотношение, полученное на холостом опыте с изооктаном

$$\frac{\text{Фон при } A = 1{,}175\ \text{Å}}{\text{Фон при } A = 1{,}211\ \text{Å}}. \quad (3)$$

13.3 Берут среднее значение двух показаний интенсивности при каждой установке длины волны и рассчитывают отношение R'

$$R' = \frac{\text{свинец } L\text{-}\alpha_1 - \text{скорректированный фон}}{\text{некогерентная } WL - \alpha_1 - \text{фон}}. \quad (4)$$

13.4 Чтобы получить калибровочный коэффициент F, концентрацию свинца стандартного раствора делят на R'.

14 Контроль качества

14.1 Для образцов, анализируемых по методу В, следуют требованиям, установленным в 8.1.

15 Проведение испытания

15.1 Отбирают образец в соответствии с АСТМ Д 4057 или требованиями национальных стандартов.

15.2 Вынимают из холодильника стандартный раствор свинца (12.2.1) и образцы бензина и доводят их до комнатной температуры.

15.3 Устанавливают калибровочный коэффициент F в соответствии с 13.4. При частом применении метода это делать необходимо ежедневно.

15.4 Определяют соотношение R' для образцов, как указано в 13.1; 13.2 и 13.3, и определяют содержание свинца в образцах, умножая R' на калибровочный коэффициент F.

16 Оформление результатов

16.1 Записывают содержание свинца, выраженное в граммах Pb на кубический дециметр при 15,5 °С с точностью 0,003 г Pb/дм^3 [г Pb/амер. галлон при 15,5 °С (60 °F) и г Pb/англ. галлон при 15,5 °С (60 °F) с точностью 0,01 г] (примечание 8).

Метод С. Метод определения низкой концентрации свинца

17 Аппаратура

17.1 Рентгеновский спектрометр, описание которого приведено в 5.1 (см. примечание 9).

18 Реактивы и материалы

18.1 Используют реактивы, указанные в разделе 6.

18.2 Стандартный раствор свинца концентрацией 0,132 г Pb/дм^3 при 15,5 °С (0,500 г Pb/галлон): разбавляют аликвоту стандарта, приготовленного по 6.6, так, чтобы он содержал 0,132 г Pb/дм^3 при 15 °С [0,500 г Pb/амер. галлон при 15,5 °С (60 °F)]. Если раствор не используют, то его хранят в холодильнике (**Предупреждение** — ТЭС токсичен при проглатывании).

19 Калибровка

19.1 Проводят точные разбавления стандартного раствора свинца, содержащего 0,132 г Pb/дм^3 (0,500 г Pb/галлон), в толуоле, изооктане или смеси этих двух растворителей для получения растворов с концентрацией свинца 0,0793; 0,025; 0,0132; 0,00264; 0,00132; 0,00026 г Pb/дм^3 при 15,5 °С [0,30; 0,10;

0,050; 0,01, 0,005 и 0,001 г Pb/амер. галлон при 15,5 °С (60 °F)]. Сохраняют стандарт с содержанием 0,000 г Pb/дм^3 в качестве холостого раствора.

19.2 Температуру всех растворов доводят до комнатной температуры.

19.3 Пипеткой точно вводят 20,0 см^3 каждого стандарта [в том числе и стандарт с содержанием 0,132 г Pb/дм^3 (0,5 г Pb/галлон)] и холостой раствор в отдельные бутыли и колбы с притертыми пробками и точно добавляют в каждую 2,0 см^3 внутреннего стандарта висмута. Тщательно перемешивают.

19.4 Помещают один из этих растворов в ячейку для образца, используя технические приемы при работе со спектрометром. Помещают ячейку в прибор, дают параметрам атмосферы спектрометра достичь равновесия и определяют скорость счета на L-α_1 линии Pb (1,175 Å), L-α_1 линии Bi (1,144 Å) и фоне (1,194 Å).

Примечание 11 — По возможности, на каждой линии собирают не менее 100000 импульсов. Когда чувствительность или концентрация, или и то и другое не позволяют собрать так много импульсов, следует использовать технику, допускающую наибольшую статистическую прецизионность за время, определенное для каждого образца. Стабильность образца следует рассматривать при определении времени анализа. Следует соблюдать вариацию в скоростях счета, и если скорость счета имеет тенденцию идти только в одном направлении, то, возможно, образец разлагается. Если это происходит, то следует уменьшить время счета в соответствии с приемлемой статистической прецизионностью.

19.5 Определяют соотношение R для каждого стандартного раствора и холостого раствора (опыта) по формуле

$$R = \frac{A - C}{B}, \tag{5}$$

где A — скорость счета при 1,175 Å;
B — скорость счета при 1,144 Å;
C — скорость счета при 1,194 Å.

19.6 Определяют скорректированное соотношение R_c по формуле

$$R_c = R - R_b, \tag{6}$$

где R_b — соотношение для холостого раствора.

19.7 Строят калибровочную кривую (примечание 7), устанавливающую соотношение между R_c и количеством свинца, выраженным в граммах на кубический дециметр. Определяют наклон S результирующей линии, если он линейный, по формуле

$$S = \frac{(\text{г Pb} / \text{дм}^3)}{R_c}. \tag{7}$$

20 Контроль качества

20.1 Для образцов, анализируемых по методу С, следуют требованиям, установленным в 8.1.

21 Проведение испытания

21.1 Отбор образца проводят в соответствии с АСТМ Д 4057 или требованиями национальных стандартов.

21.2 Готовят испытуемые образцы и холостой раствор по 19.3 и 19.4 для стандартных растворов свинца и определяют отношение R_c по 19.5 и 19.6 с помощью холостого раствора, анализируемого во время испытания.

22 Калибровка

22.1 Рассчитывают содержание свинца в образцах, сравнивая R_c с предварительно построенной калибровочной кривой. Если S рассчитано по 19.7, то содержание свинца определяют следующим образом

$$\text{Pb (г/дм}^3) = R_c S. \tag{8}$$

23 Оформление результатов

23.1 Записывают содержание свинца, полученное в 22.1, выраженное в граммах на кубический дециметр при 15,5 °С (г Pb/амер. галлон при 60 °F) с точностью 0,005 г Pb/дм^3.

24 Прецизионность и отклонение

24.1 Прецизионность метода, полученная статистическим исследованием межлабораторных результатов испытаний, следующая:

24.1.1 Повторяемость

Расхождение между последовательными результатами испытания, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных условиях на идентичном исследуемом материале при нормальном и правильном проведении метода испытания, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати (таблица 1).

Таблица 1 — Повторяемость методов испытания

Метод А	Метод В	Метод С	Единицы измерения *X*
0,008 + 0,008*X*	0,004 + 0,015*X*	0,007 + 0,14*X*	г Pb/дм^3 при 15,5 °С
0,029 + 0,008*X*	0,014 + 0,015*X*	—	г Pb/амер. галлон при 15,5 °С
0,035 + 0,008*X*	0,017 + 0,015*X*	—	г Pb/англ. галлон при 15,5 °С

24.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном исследуемом материале при нормальном и правильном проведении метода испытания, превышает следующие значения только в одном случае из двадцати (таблица 2).

Таблица 2 — Воспроизводимость методов испытания

Метод А	Метод В	Метод С	Единицы измерения *X*
0,027 + 0,030*X*	0,010 + 0,039*X*	0,018 + 0,15*X*	г Pb/дм^3 при 15,5 °С
0,103 + 0,030*X*	0,037 + 0.039*X*	—	г Pb/амер. галлон при 15,5 °С
0,124 + 0,030*X*	0,044 + 0,039*X*	—	г Pb/англ. галлон при 15,5 °С

Примечание 12 — Прецизионность анализов основывается на применении только стандартов тетраэтилсвинца, и пользователи метода испытания должны учесть, что прецизионность анализов, в которых были применены другие стандарты, неприменима.

24.2 Отклонение

Расхождение между результатами настоящих методов испытания и истинным значением не превышает воспроизводимости методов.

Примечание 13 — Отклонение определено по анализу сравнительных материалов Национального института стандартов и технологий (США) четырьмя лабораториями.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
АСТМ Д 3341	—	*
АСТМ Д 4057	MOD	ГОСТ Р 52659—2006 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
АСТМ Д 6299	—	*
АСТМ Д 6972	—	*

* Соответствующий национальный 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:

MOD — модифицированные стандарты.

УДК 662.75:543.869:006.354 ОКС 75.080 Б19 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: автомобильный бензин, свинец, рентгеновская спектроскопия

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 01.02.2012. Подписано в печать 10.02.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,15. Тираж 146 экз. Зак. 153.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru