ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51925— 2011

БЕНЗИНЫ

Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

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 собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2011 г. № 652-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 3831—01(2006) «Стандартный метод определения марганца в бензине методом атомно-абсорбционной спектроскопии» (ASTM D 3831—01(2006) «Standard test method for manganese in gasoline by atomic absorption 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 ВЗАМЕН ГОСТ Р 51925—2002

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 метода 2
4 Значение и применение 2
5 Аппаратура 2
6 Реактивы 2
7 Отбор проб 3
8 Калибровка 3
9 Проведение испытания 3
10 Обработка результатов 4
11 Контроль качества 4
12 Прецизионность и отклонение 4
Приложение Х1 (справочное) Контроль качества 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 6
Библиография 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕНЗИНЫ

Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Gasolines. Determination of manganese by method of atomic absorption spectroscopy

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на бензины и устанавливает метод определения общего содержания марганца, присутствующего в виде метилциклопентадиенилтрикарбонил марганца (ММТ) в диапазоне концентраций от 0,25 до 40 мг Mn/дм^3, атомно-абсорбционной спектрометрией.

1.2 Настоящий метод используют для реформулированного бензина, содержащего до 12 % об. включительно метил-*трет*-бутилового эфира (МТБЭ) или до 10 % об. этанола.

Этот метод не может использоваться для продуктов глубокого крекинга, содержащих более 18 % об. олефинов, определяемых по методу АСТМ Д 1319 (для недепентанизированных олефинов).

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

1.4 Значения, установленные в единицах СИ, являются стандартными.

1.5 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения техники 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.

Требования предосторожности изложены в разделах 5 и 6.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты[1)]:

АСТМ Д 1319 Метод определения углеводородного состава жидких нефтепродуктов методом флуоресцентной индикаторной адсорбции (ASTM D 1319, Standard test method for hydrocarbon types in liquid petroleum products by fluorescent indicator adsorption)

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 4177 Руководство по автоматическому отбору проб нефти и нефтепродуктов (ASTM D 4177, Standard practice for automatic 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 6300 Руководство по определению данных прецизионности и отклонения для использования в методах испытания нефтепродуктов и смазочных материалов (ASTM D 6300, Standard practice for determination of precision and bias data for use in test methods for petroleum products and lubricants)

[1)] Для датированных ссылок используют только указанное издание стандарта. В случае недатированных ссылок — последнее издание стандарта, включая все изменения и поправки.

Издание официальное

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.

4 Значение 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 Абсорбционный атомный 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 Стеклянные ампулы вместимостью 40 см^3 с навинчивающимся колпачком с полиэтиленовой облицовкой или тетрафторэтилен-фторуглеродной облицовкой 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 подающая пипетка, обеспечивающая подачу пробы по 9,0 см^3.

6 Реактивы

6.1 Чистота реактивов

Используют реактивы квалификации х. ч. При отсутствии других указаний это означает, что все реактивы соответствуют требованиям спецификаций Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества. Можно использовать другие реактивы достаточно высокой степени чистоты, не снижающие 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 надевать защитные перчатки. Приготовление, хранение и использование брома следует проводить в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу).

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

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

6.5 Марганецсодержащее органическое соединение в качестве стандарта

Было установлено, что пригодны предварительно приготовленные доступные исходные растворы марганецсодержащих органических соединений.

6.6 Метилизобутилкетон, х. ч. (**Предупреждение** — Метилизобутилкетон воспламеняем, пары вредны для здоровья). (**Предупреждение** — Растворы ММТ в бензине химически нестабильны, если

подвергаются воздействию света. 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 бензинов, которые являются стабильными и представительными образцами в отношении испытуемых образцов.

7 Отбор проб

7.1 Пробы бензина отбирают в соответствии с АСТМ Д 4177 и АСТМ Д 4057 и как можно скорее 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 Mn/дм^3, полученные по 6.4.

8.1.1 Используя микропипетку, вводят 100 мкл раствора брома в каждую из четырех стеклянных ампул.

8.1.2 Вводят пипеткой по 1 см^3 четыре стандартных раствора марганца низкой концентрации в четыре стеклянные ампулы. Смешивают с раствором брома круговыми движениями.

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

8.2 Подготовка прибора

Устанавливают рабочий режим атомного абсорбционного спектрометра в условиях, рекомендованных изготовителем для контроля абсорбции марганца при 279,5 нм с использованием воздушно-ацетиленового пламени. Настоящий метод испытания предполагает точное выполнение рабочих процедур. Различия в конструкции спектрометров делают это невозможным при точно установленной процедуре настройки прибора.

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

8.2.2 Вместе с метилизобутилкетоном в качестве холостого опыта по очереди распыляют четыре рабочих стандартных раствора.

Примечание 1 — Записывают интенсивность поглощения и проверяют эти данные на линейность. В случае нелинейности снова слегка регулируют скорости потоков образца или ацетилена, или и того и другого и повторяют калибровку до достижения линейной зависимости. Вращение горелки для уменьшения интенсивности поглощения может привести к достижению линейности.

Примечание 2 — Могут быть использованы три рабочих стандарта, чтобы охватить ожидаемый диапазон концентраций образцов. Следует принимать во внимание требуемые диапазоны содержания марганца в топливе. Например использование стандартного рабочего раствора с высокой концентрацией марганца, равной 40 мг/дм^3, может быть необязательным.

9 Проведение испытания

9.1 В ампулу вводят 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 — Измеряют интенсивности поглощения рабочих растворов и проб сразу же, так как интенсивности поглощения могут со временем меняться.

10 Обработка результатов

10.1 Предпочтительным видом количественной оценки является прямое показание концентрации, получаемое прибором. Другим способом количественной оценки является график зависимости значения интенсивности поглощения для стандартных рабочих растворов от концентрации марганца, которая выражена прямой линией, проходящей через точки. По графику считывают значение концентрации марганца, соответствующее интенсивности поглощения образца бензина. Записывают содержание марганца в бензине с точностью до 0,1 мг/дм^3.

11 Контроль качества

11.1 Анализируя образец QC, являющийся стабильным и представительным относительно испытуемого образца, подтверждают качество выполнения испытания.

11.2 Когда протоколы контроля качества/протоколы гарантии качества уже утверждены для установленных условий испытаний, эти протоколы могут применяться для подтверждения надежности результатов испытания.

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

12 Прецизионность и отклонение

12.1 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода определена статистическим анализом результатов межлабораторных испытаний 11 образцов автомобильного бензина и охватывает содержание марганца в диапазоне концентраций от 0,25 до 40 мг/дм^3.

12.1.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение между результатами двух последовательных испытаний, полученными одним оператором на одном и том же приборе в постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени работы при нормальном и правильном выполнении метода, 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.

12.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значение, полученное по формуле (2),только в одном случае из двадцати

$$1650\sqrt{(x + 0{,}1062)}, \quad (2)$$

где x — среднеарифметическое значение двух результатов.

12.2 Отклонение

Отклонение для процедуры настоящего метода не может быть определено из-за отсутствия соответствующего стандартного образца.

Приложение Х1
(справочное)

Контроль качества

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

Х1.2 Перед проведением измерения пользователь настоящего метода должен определить среднее значение и контрольные пределы образца QC. При этом используют стандарты АСТМ Д 6299, АСТМ Д 6300 и [1].

Х1.3 Для установления состояния статистического контроля всего процесса испытания (АСТМ Д 6299, АСТМ Д 6300 и [1]) регистрируют результаты по контролю качества (QC) и анализируют их с помощью контрольных карт или другой равноценной статистической процедуры. Причины появления любых выпадающих данных должны быть исследованы. Результаты исследования могут, но необязательно, указать на необходимость повторной калибровки прибора.

Х1.4 Если нет конкретных требований в стандарте на метод испытания, частота проведения испытания QC определяется значимостью качества проводимого измерения, а также стабильностью процесса испытания и требованиями потребителя. Обычно контрольный образец QC следует анализировать перед каждым ежедневным испытанием образцов. Частоту испытаний QC следует увеличить, если постоянно анализируется большое количество образцов. Однако если наглядно видно, что испытание находится под статистическим контролем, можно уменьшить частоту испытания QC. Прецизионность по контрольному образцу QC должна периодически проверяться по показаниям точности метода, чтобы убедиться в качестве получаемых данных (АСТМ Д 6300).

Х1.5 Рекомендуется по возможности выбирать представительный тип контрольного образца по отношению к обычно анализируемым образцам. На период проведения испытаний QC контрольные образцы должны быть в достаточном количестве и в условиях хранения должны сохранять однородность и стабильность.

Х.1.6 Относительно дополнительных процедур по QC и работы с контрольными диаграммами необходимо обращаться к стандартам АСТМ Д 6299, АСТМ Д 6300 и [1].

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 1319	IDT	ГОСТ Р 52063—2003 «Нефтепродукты жидкие. Определение группового углеводородного состава методом флуоресцентной индикаторной адсорбции»
АСТМ Д 4057	MOD	ГОСТ Р 52659—2006 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
АСТМ Д 4177	—	*
АСТМ Д 6299	—	*
АСТМ Д 6300	—	*

* 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 использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

Библиография

[1] ASTM MNL 7, Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis. 6th Ed., Section 3, Control Chart for individuals, available from ASTM Headquarters

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 75.160.20 Б19 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: бензины, марганец, метилциклопентадиенилтрикарбонил марганца (ММТ), метод атомно-абсорбционной спектроскопии

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
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. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 151 экз. Зак. 152.

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