ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 51942— 2010

БЕНЗИНЫ

Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

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 Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») 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 27 декабря 2010 г. № 1122-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 3237—06 «Стандартный метод определения свинца в бензине с помощью атомно-абсорбционной спектроскопии» (ASTM D 3237—06 «Standard test method for lead 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 51942—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 1
4 Назначение и использование 2
5 Оборудование 2
6 Реактивы 2
7 Отбор проб 3
8 Калибровка 3
9 Проведение испытания 3
10 Расчеты 4
11 Контроль качества 4
12 Прецизионность и отклонение 4
Приложение X (справочное) Проведение контроля качества 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 6

Введение

Стандарт АСТМ Д 3237—06$^{\varepsilon 1)}$ имеет обозначение Д 3237; цифры, следующие за обозначением, указывают на год первоначального утверждения или при пересмотре на год последнего пересмотра. Если приведены цифры в круглых скобках, это указывает на год последнего пересмотра. Верхний индекс эпсилон ε указывает на редакционные изменения.

Стандарт одобрен для использования Федеральным агентством Министерства обороны США.

Метод испытаний находится под юрисдикцией Комитета АСТМ Д02 на нефтепродукты и смазочные масла и непосредственным контролем Подкомитета Д02.03 по элементному анализу.

Настоящее издание стандарта утверждено 1 декабря 2006 г., опубликовано в январе 2007 г. и первоначально утверждено в 1973 г. Последнее предыдущее издание утверждено в 2002 г. как АСТМ Д 3237—02.

$^{\varepsilon 1)}$ Исправленная сноска относится к параграфу X1.6 редакционных изменений в апреле 2007 г.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕНЗИНЫ

Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Gasolines. Determination of lead by method of atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2012—07—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

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты[2)]:

АСТМ Д 1193 Технические условия на реактив — воду (ASTM D 1193, Specification for reagent water)

АСТМ Д 1368 Метод определения следов свинца в первичных эталонных топливах (ASTM D 1368, Test method for trace concentrations of lead in primary reference fuels)

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

АСТМ Д 3116 Метод определения количества следов свинца в бензине (ASTM D 3116, Test method for trace amounts of lead in gasoline)

АСТМ Д 4057 Практическое руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов (ASTM D 4057, Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products)

АСТМ Д 6299 Руководство по применению статистических методов оценки качества работы аналитических измерительных систем (ASTM D 6299, Practice for applying statistical quality assurance techniques to evaluate analytical measurement system performance)

3 Сущность метода

3.1 Пробу бензина разбавляют метилизобутилкетоном и стабилизируют компоненты алкилсвинца с использованием реакции четвертичного аммония с йодом и солью. Содержание свинца в пробе

[2)] Информацию по ссылкам на стандарты АСТМ можно найти на сайте АСТМ www.as gost.e-ecolog.ru поддержки клиентов АСТМ: gost.e-ecolog.ru нформационном томе Ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) можно обратиться к сводке стандартов на странице сайта.

Издание официальное

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.

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 с воздушно-ацетиленовым пламенем.

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 мкдм^3 или аналогичные.

6 Реактивы

6.1 Чистота реактивов

Во всех испытаниях используют реактивы квалификации х.ч.

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

6.2 Чистота воды

Если нет других указаний, используют воду лабораторной чистоты класса II или III по АСТМ Д 1193.

6.3 Трикаприлметиламмония хлорид (Аликвот 336) — средство для расслаивания.

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 (0,005 г/галлон) используют методы АСТМ Д 1368 и АСТМ Д 3116. Метод очистки газотурбинного топлива приведен в АСТМ Д 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/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, имею-

---

[3)] Reagent Chemicals, American Chemical Society Specificatios, American Chemical Society, Washigton, D.C. (Химические реактивы. Технические условия Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Относительно предложений 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).

щей 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 заданного объема раствором 1%-ного Аликвота 336 в МИБК. Хранят в бутылке из коричневого стекла с пробкой с полиэтиленовым покрытием.

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 с полиэтиленовым покрытием.

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 АСТМ Д 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 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 мкдм^3 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 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 мкдм^3) 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.

11 Контроль качества

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

11.1.1 При наличии протоколов QC/QA (контроля качества/гарантии качества) 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 отклонение

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 нормальной 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 Отклонение

Отклонение 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 отклонений находятся в пределах повторяемости метода испытания и свидетельствуют об отсутствии систематического отклонения[4)].

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

Приложение Х
(справочное)

Проведение контроля качества

Х.1.1 Подтверждают характеристики прибора или проведения испытаний, анализируя пробы QC.

Х.1.2 Прежде чем проводить контроль испытаний пользователь метода должен определить среднее значение и проверить предельные значения пробы QC (см. АСТМ Д 6299)[5)].

Х.1.3 Регистрируют результаты QC и проводят анализ контрольных карт или других статистически эквивалентных процедур для контроля общего процесса проведения испытаний (см. АСТМ Д 6299)[5), 6)]. Исследуют основные причины появления неконтролируемых данных. Результаты данного исследования могут привести к повторной калибровке прибора.

Х.1.4 Частота 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 анализом обычных проб. Частота проведения QC должна быть увеличена, если анализируют большое число рабочих проб. Если установлено, что испытание находится под статистическим контролем, частота проведения QC может быть уменьшена. Показатели прецизионности, полученные при проверке пробы QC, должны периодически контролироваться на соответствие показателям прецизионности метода АСТМ для обеспечения качества получаемых результатов (АСТМ Д 6299).

Х.1.5 Рекомендуется, по возможности, чтобы проба QC, подвергаемая регулярным испытаниям, была представительной по отношению к обычно анализируемым веществам. Проба QC должна быть представлена в достаточном количестве на период проведения испытаний, должна быть однородной и устойчивой в предполагаемых условиях хранения.

Х.1.6 См. сноски 5) и 6) для дальнейших указаний о QC и методах использования контрольных карт.

---

5) Учебник по представлению данных анализа с помощью контрольных карт, 6-е издание, раздел 3, ASTM International, W.Conshohocken, PA.

6) В отсутствие подробных требований, представленных в данном методе, следует руководствоваться указаниями данного пункта по частоте проведения QC.

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 1193	—	*
АСТМ Д 1368	—	*
АСТМ Д 2550	—	*
АСТМ Д 3116	—	*
АСТМ Д 4057	NEQ	ГОСТ Р 52659–2006 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб»
АСТМ Д 6299	—	*

* 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:

NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 621.892:543:006.354 ОКС 75.080 Б02 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: бензины, определение общего содержания свинца, метод атомно-абсорбционной спектрометрии

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.В. Бестужевой*

Сдано в набор 06.12.2011. Подписано в печать 26.12.2011. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 136 экз. Зак. 2.

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