ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ЕН 237— 2008

Нефтепродукты жидкие

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАЛЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ СВИНЦА МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

EN 237:2004
Liquid petroleum products — Petrol — Determination of low lead concentrations by atomic absorption spectrometry
(IDT)

Издание официальное

БЗ 2—2008/525

Москва
Стандартинформ
2008

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 «ВНИИНП») на основе аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4, выполненного ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

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 12 августа 2008 г. № 166-ст

4 Настоящий стандарт идентичен региональному стандарту ЕН 237:2004 «Нефтепродукты жидкие. Бензин. Определение низких концентраций свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии» (EN 237:2004 «Liquid petroleum products — Petrol — Determination of low lead concentrations by atomic absorption spectrometry»).

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

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

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, 2008

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 Реактивы и материалы 2
5 Аппаратура 2
6 Отбор проб 3
7 Проведение испытания 3
8 Обработка результатов 4
9 Представление результатов 4
10 Прецизионность 4
11 Отчет об испытаниях 5
Приложение А (рекомендуемое) Альтернативный метод определения концентрации свинца 6
Приложение В (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным и региональным стандартам 7
Библиография 7

Поправка к ГОСТ Р ЕН 237—2008 Нефтепродукты жидкие. Определение малых концентраций свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 9. Второй абзац	—	За отсутствие принимается концентрация свинца менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (раздел 1).

(ИУС № 7 2009 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Нефтепродукты жидкие

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАЛЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ СВИНЦА МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Liquid petroleum products.
Determination of low led concentrations by atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-абсорбционной спектрометрии для определения концентрации свинца в диапазоне от 2,5 до 10,0 мг/дм^3 в бензине, независимо от типа алкилата свинца.

Примечания

1 В приложении А приведен альтернативный метод определения концентрации свинца с более низкими характеристиками точности определения содержания свинца до 10,0 мг/дм^3 в бензине. Этот метод также не зависит от типа алкилата свинца.

2 Для целей настоящего стандарта термин «% об./об.» означает объемные доли материала.

Предупреждение — Использование настоящего стандарта может быть связано с опасными материалами, операциями и оборудованием. Настоящий стандарт не ставит своей целью рассмотреть все проблемы безопасности, связанные с его применением. Ответственность за проведение соответствующих действий по обеспечению безопасности и охраны здоровья, а также обязательных ограничений до применения настоящего стандарта возлагается на пользователей.

2 Нормативные ссылки

Для ссылок с приведенным годом издания применяют только указанное издание документа. При отсутствии указания на год издания публикации применяют самое последнее ее издание.

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные и региональные стандарты:

ИСО 385-1 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ИСО 648 Посуда лабораторная. Пипетки с одной отметкой

ЕН ИСО 1042 (ИСО 1042:1998) Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной отметкой

ЕН ИСО 3170 (ИСО 3171:1988) Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб

ЕН ИСО 3171 (ИСО 3171:1988) Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопровода

3 Сущность метода

Пробу бензина разбавляют по объему метилизобутилкетоном в десять раз, обрабатывают йодом и впрыскивают в воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра. Измеряют интенсивность поглощения при 217,0 нм и сравнивают с интенсивностью поглощения калибровочных растворов с известными концентрациями свинца.

Издание официальное

Примечание — В приложении А приведен альтернативный метод определения концентрации свинца (с более низкими характеристиками прецизионности), который может использоваться для получения приемлемых результатов, если спектрометр оказывается недостаточно стабильным при работе на длине волны, равной 217,0 нм.

4 Реактивы и материалы

Во всех испытаниях используют реактивы квалификации х.ч.

4.1 Воздух, не содержащий примесей нефтепродуктов, хранящийся под давлением в стальном баллоне, или сжатый воздух.

4.2 Ацетилен, хранящийся под давлением в стальном баллоне.

Предупреждение — Сжатые газы должны храниться за пределами лаборатории.

4.3 Толуол.

4.4 2,2,4-Триметилпентан (изооктан).

4.5 Метилизобутилкетон (далее — МИБК).

4.6 Смесь 50 % толуола и 50 % изооктана по объему.

4.7 Трикаприлметиламмонийхлорид (далее — Аликвот 336).

4.8 Раствор Аликвота 336 в МИБК 10 % об.

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 100 см^3 или (88,0 $\pm$ 0,1) г. Аликвота 336 и доливают до 1 дм^3 МИБК.

4.9 Раствор Аликвота 336 в МИБК объемной доли 1 % об.

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 10 см^3 или (8,8 $\pm$ 0,05) г Аликвота 336 и доливают до 1 дм^3 МИБК.

4.10 Раствор йода.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (3,0 $\pm$ 0,1) г кристаллов йода и доливают до 100 см^3 толуолом.

4.11 Хлорид свинца ($PbCl_2$), х.ч., с содержанием основного вещества 99 % масс.

4.12 Стандартный исходный раствор с концентрацией свинца (C_{Pb}), равной 1000 мг/дм^3.

335,6 мг хлорида свинца (4.11), предварительно высушенного при температуре 105 °С в течение не менее 3 ч, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и приливают 200 см^3 10% -ного об. раствора Аликвота 336 в МИБК (4.8). Доливают до метки 10%-ным об. раствором Аликвота 336 в МИБК, перемешивают и хранят в коричневой бутылке с крышкой, покрытой полиэтиленом. Такой раствор содержит 1000 мг/ дм^3 свинца.

Примечания

1 Стандартный исходный раствор свинца сохраняет свои свойства в течение не менее 6 мес.

2 Можно приготовить меньший объем раствора, например 100 см^3, однако прецизионность, приведенная в разделе 10, определялась с использованием мерных колб вместимостью 250 см^3.

4.13 Стандартный исходный раствор, разбавленный до концентрации свинца (C'_{Pb}), равной 100 мг/дм^3.

Пипеткой аккуратно переносят 25,0 см^3 стандартного раствора свинца (4.12) в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доливают до метки 1% -ным об. раствором Аликвота 336 в МИБК. Хранят раствор в коричневой бутылке с полиэтиленовой крышкой. Такой раствор содержит 100 мг/ дм^3 свинца.

Примечание — Можно приготовить меньший объем, например 100 см^3, однако прецизионность, приведенная в разделе 10, определялась с использованием мерных колб вместимостью 250 см^3.

4.14 Стандартные растворы свинца концентрацией 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 мг/ дм^3.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 аккуратно пипетками или микробюретками переносят 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см^3 разбавленного стандартного раствора свинца концентрацией 100 мг/ дм^3, добавляют 5 см^3 1%-ного об. раствора Аликвота 336 в МИБК в каждую колбу, доливают до метки МИБК, тщательно перемешивают и хранят в коричневых бутылках с полиэтиленовыми крышками.

5 Аппаратура

Для проведения испытания используют лабораторную стеклянную посуду и аппаратуру, а также:

5.1 Спектрометр пламенный атомно-абсорбционный, обеспечивающий проведение измерений на длине волны 217,0 нм, с горелкой воздушно-ацетиленового пламени, пригодной для использования в работе с органическими растворами.

Примечание — Необходимо обратить внимание на то, что альтернативный метод, приведенный в приложении А, требует использования пламенного атомно-абсорбционного спектрометра, пригодного для проведения измерений на длине волны 283,3 нм.

5.2 Лампа со свинцовым полым катодом.

5.3 Микробюретка вместимостью 10 $см^3$, соответствующая классу А по ИСО 385-1.

5.4 Мерные колбы с одной меткой вместимостью 50, 100, 250 $см^3$ и 1 $дм^3$, соответствующие классу А по ЕН ИСО 1042.

5.5 Пипетки с резервуаром с одной меткой вместимостью 2, 5, 10, 20, 25 и 50 $см^3$, соответствующие классу А по ИСО 648.

5.6 Микропипетка типа Эппендорфа вместимостью 100 мкл или равноценная.

5.7 Аналитические весы с точностью взвешивания 0,1 мг.

6 Отбор проб

Если нет иных указаний в документации на продукцию, пробы должны отбираться в соответствии с ЕН ИСО 3170, ЕН ИСО 3171 или в соответствии с требованиями национальных стандартов или регламентов на отбор проб нефтепродуктов.

7 Проведение испытания

7.1 Измеряют и записывают температуру T_x, при которой проводят все измерения объема. Мерная посуда обычно калибруется при температуре 20 °С.

Калибровочные и исследуемые растворы готовят в день проведения измерений.

7.2 Приготовление калибровочных растворов (с концентрацией свинца 0,25; 0,50; 0,75 и 1,0 мг/ $дм^3$)

7.2.1 В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают 30 $см^3$ МИБК, добавляют 5,0 $см^3$ стандартного раствора свинца (4.14) и 5,0 $см^3$ смеси толуола/изооктана.

Повторяют эту операцию для каждого стандартного раствора с концентрацией свинца 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 мг/$дм^3$. Для холостого раствора добавляют только 5,0 $см^3$ смеси толуола/изооктана.

7.2.2 Сразу же, используя микропипетку, в каждую колбу добавляют 0,1 $см^3$ раствора йода (4.10). Тщательно перемешивают и оставляют раствор реагировать в течение не менее 1 мин.

7.2.3 В каждую колбу добавляют 5 $см^3$ 1% -ного об. раствора Аликвота 336 в МИБК и тщательно перемешивают.

7.2.4 Раствор в каждой колбе доводят до метки МИБК и тщательно перемешивают.

7.3 Приготовление раствора испытуемого образца

7.3.1 В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, используя пипетку, помещают 30 $см^3$ МИБК, добавляют 5,0 $см^3$ испытуемого образца и перемешивают.

7.3.2 Используя микропипетку, сразу же добавляют 0,1 $см^3$ раствора йода. Тщательно перемешивают и оставляют раствор реагировать в течение не менее 1 мин.

7.3.3 Добавляют 5 $см^3$ 1%-ного об. раствора Аликвота 336 и тщательно перемешивают.

7.3.4 Доливают до метки 50 $см^3$ МИБК и тщательно перемешивают.

7.4 Подготовка прибора

7.4.1 Устанавливают в спектрометр лампу со свинцовым полым катодом и оставляют аппаратуру включенной на время, необходимое для достижения стабильного режима.

7.4.2 Регулируют ток лампы, чувствительность и щель, чтобы они соответствовали характеристикам аппаратуры. Для получения максимальной интенсивности настраивают длину волны на 217,0 нм.

7.4.3 Устанавливают головку горелки для воздушно-ацетиленовой смеси и зажигают пламя.

7.4.4 Используя чистый МИБК, регулируют расходы ацетилена и воздуха, впрыскивают МИБК для получения окислительного пламени, которое без наличия топлива имеет синий цвет.

7.4.5 Впрыскивают чистый МИБК для установления нуля прибора.

7.4.6 Впрыскивают калибровочный раствор с концентрацией свинца 1,0 мг/$дм^3$ и регулируют положение горелки для получения максимального сигнала.

7.4.7 Впрыскивают чистый МИБК (4.5) для установления нуля прибора и проверяют линейность сигнала поглощения холостой пробы и четырех калибровочных растворов (7.2).

7.5 Впрыскивают калибровочные растворы (7.2) и раствор испытуемого продукта (7.3) и записывают значения интенсивности поглощения.

Примечание — Стабильность прибора проверяют путем анализа пяти проб калибровочного раствора с концентрацией свинца 0,50 мг/ дм^3. Если концентрация свинца окажется менее 0,48 или более 0,52 мг/ дм^3, необходимо провести новую калибровку и повторно проанализировать пять образцов.

8 Обработка результатов

Строят график зависимости значений интенсивности поглощения от концентрации свинца в калибровочных растворах и по графику определяют концентрацию свинца в растворе исследуемого образца β_{Pb} (мг/дм^3).

Современные спектрометры оснащены внутренней калибровкой и методами вычислений, приводящими к готовым результатам; в таких случаях необязательно строить калибровочные графики.

Вычисляют концентрацию свинца в образце C_{Pb}, мг/ дм^3, по формуле

$$C_{Pb} = 10\,\beta_{Pb}[1 + 0{,}0012\,(T_x - 15)], \qquad (1)$$

где β_{Pb} — концентрация свинца, мг/ дм^3;

T_x — температура, при которой проводят измерения, °С.

Примечание — Коэффициент расширения автомобильного бензина в пересчете на градусы Цельсия при температуре 15 °С равен 0,0011, а коэффициент расширения авиационного керосина равен 0,0013. В формуле (1) коэффициент расширения равен 0,0012. Это соответствует использованию коэффициента, значение которого является промежуточным значением между группами 3 и 4 в таблице 7, входящей в сокращенные таблицы корректировки объема [1].

9 Представление результатов

В отчете записывают значения концентрации свинца с точностью до ближайших 0,1 мг/дм^3.

Примечания

1 Если необходимо выразить результаты по концентрации в граммах на кубический дециметр, их следует разделить на 1000.

2 Сказанное выше также относится и к альтернативной процедуре, представленной в приложении А.

10 Прецизионность

10.1 Общая информация

Прецизионность, установленная в настоящем стандарте, основывается на межлабораторных испытаниях, проведенных в 11 лабораториях на одной пробе. Выбранное среднее значение концентрации свинца составило приблизительно 5,0 мг/ дм^3. Предполагается, что изменчивость значений повторяемости r и воспроизводимости R с изменениями концентрации во всем диапазоне является незначимой.

10.2 Повторяемость *r*

Разность двух результатов испытаний, полученных одним и тем же оператором с использованием одной и той же аппаратуры в постоянных рабочих условиях на одинаковом исследуемом материале, может в течение продолжительного периода времени при нормальном и правильном применении метода испытаний превышать значения, приведенные в таблице 1, только в одном случае из 20.

10.3 Воспроизводимость *R*

Разность двух независимых результатов, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, с использованием одного и того же исследуемого материала, может в течение продолжительного периода времени при нормальном и правильном применении метода испытаний превышать значения, приведенные в таблице 1, только в одном случае из 20.

Т а б л и ц а 1 — Повторяемость и воспроизводимость

В миллиграммах на кубический дециметр

Массовая концентрация свинца в пробе	Повторяемость *r*	Воспроизводимость *R*
От 2,5 до 10,0	0,12	0,62

11 Отчет об испытаниях

В отчет об испытаниях должна входить, как минимум, следующая информация:

a) тип и полная идентификация испытуемого продукта;
b) ссылка на настоящий стандарт;
c) используемые процедуры отбора проб (раздел 6);
d) используемый метод (основной или альтернативный);
e) результат испытаний (раздел 9);
f) любое отклонение, по соглашению или без него, от описанной процедуры;
g) дата проведения испытаний.

Приложение А
(рекомендуемое)

Альтернативный метод определения концентрации свинца

Если спектрометр оказывается недостаточно стабильным для получения корректных результатов в области длины волны 217,0 нм, то для определения концентрации свинца в бензине в диапазоне от 3 до 10 мг/дм^3 можно использовать альтернативный метод. Этот метод не зависит от типа алкилсвинца.

Различия альтернативного и основного методов состоят в следующем:

- пробу, разбавленную 1:1 по объему МИБК (4.5) и обработанную йодом, впрыскивают в воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра. На длине волны 283,3 нм измеряют интенсивность поглощения и сравнивают с интенсивностью поглощения калибровочных растворов с известными концентрациями свинца;
- пламенный атомно-абсорбционный спектрометр должен подходить для измерений на длине волны 283,3 нм.

Приготовление калибровочных растворов (с концентрацией свинца 0,50; 1,0; 1,5 и 2,0 мг/дм^3) проводят следующим способом:

- в мерную колбу вместимостью 50 см^3, содержащую 10 см^3 МИБК, добавляют 10,0 см^3 раствора свинца с низкой концентрацией (4.14) и 10,0 см^3 смеси толуола/изооктана (4.6). Повторяют эту операцию для каждого стандартного раствора свинца с низкой концентрацией (2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 мг/ дм^3). В случае холостой пробы добавляют только 10,0 см^3 смеси толуола/изооктана;
- используя микропипетку, сразу же добавляют 0,2 см^3 раствора йода в толуоле (4.10). Тщательно перемешивают и оставляют реагировать в течение 1 мин;
- добавляют 10 см^3 1%-ного об. раствора Аликвота 336 (4.9) и тщательно перемешивают;
- доливают до метки МИБК и тщательно перемешивают.

Исследуемый раствор образца готовят следующим образом:

- в мерную колбу вместимостью 50 см^3, используя пипетку, помещают 10 см^3 МИБК, добавляют 10,0 см^3 образца и перемешивают;
- из микропипетки сразу же добавляют 0,2 см^3 раствора йода. Тщательно перемешивают и оставляют раствор реагировать в течение не менее 1 мин;
- добавляют 10 см^3 1%-ного об. раствора Аликвота 336 и тщательно перемешивают;
- доливают до метки на колбе МИБК и тщательно перемешивают.

При подготовке прибора для получения максимального отклика длина волны должна настраиваться на область 283,3 нм, положение горелки должно регулироваться с помощью калибровочного раствора концентрацией 2,0 мг/ дм^3.

Для проведения измерений стабильность прибора проверяют, анализируя пять проб калибровочного раствора концентрацией 1,0 мг/ дм^3. Если концентрация свинца менее 0,96 или более 1,04 мг/дм^3, проводят новую калибровку, а последние пять проб следует повторно проанализировать.

Концентрацию свинца C_{Pb}, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C_{Pb} = 5\,\beta_{Pb}\,[1 + 0{,}0012(T_x - 15)], \qquad (A.1)$$

где β_{Pb} — концентрация свинца, мг/ дм^3;

T_x — температура, при которой проводят измерения, °С.

Прецизионность, установленная в таблице А.1, основывается на межлабораторных испытаниях, проведенных в 11 лабораториях на одной пробе. Выбранное среднее значение концентрации свинца составило приблизительно 5,0 мг/ дм^3. Изменчивость значений повторяемости r и воспроизводимости R с изменениями концентрации во всем диапазоне предполагается незначимой.

Таблица А.1 — Прецизионность альтернативного метода

В миллиграммах на кубический дециметр

Массовая концентрация свинца в пробе	Повторяемость r	Воспроизводимость R
От 3,0 до 10,0	0,08	1,40

Приложение В
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным и региональным стандартам

Таблица В.1

Обозначение ссылочного международного и регионального стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 385-1	ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
ИСО 648	ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ЕН ИСО 1042	ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ЕН ИСО 3170	ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб ГОСТ Р 52659—2006 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб
ЕН ИСО 3171	ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

Библиография

[1] АСТМ Д 1250: 2004 Стандартное руководство по использованию таблиц измерения параметров нефти и нефтепродуктов

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 75.160.20 Б19 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: бензин, свинец, атомно-абсорбционная спектрометрия

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 15.09.2008. Подписано в печать 21.10.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 273 экз. Зак. 1231.

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