ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52530— 2006

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ

Фотоколориметрический метод определения железа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2007

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 РАЗРАБОТАН Открытым Акционерным Обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИНП»)

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 9 марта 2006 г. № 27-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2007 г.

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, 2006
© Стандартинформ, 2007

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

Поправка к ГОСТ Р 52530—2006 Бензины автомобильные. Фотоколориметрический метод определения железа

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 7.1. После последнего абзаца	—	За отсутствие принимается концентрация железа менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (1.1).

(ИУС № 7 2009 г.)

ОКС 19.020
75.160.20

Поправка к ГОСТ Р 52530—2006 Бензины автомобильные. Фотоколориметрический метод определения железа

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 4.21	х.ч.	ч.д.а.

(ИУС № 5 2017 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ

Фотоколориметрический метод определения железа

Automotive gasolines.
Photocolorimetric method of iron determination

Дата введения — 2007—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на автомобильные бензины, содержащие присадки (добавки) ферроценового типа, и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой концентрации железа в диапазоне от 0,01 до 0,10 г/дм^3.

В зависимости от типа присадок предусмотрены следующие способы проведения испытаний:

А — определение массовой концентрации железа в бензине, содержащем ферроценовую присадку и не содержащем добавок аминного типа (АДА, N-ММА, экстралин и др.);

Б — определение массовой концентрации железа в бензине, содержащем добавку типа Феррада МАФ-К (ферроцены, N-ММА);

В — определение массовой концентрации железа в бензине, содержащем добавку МАФ-А (ферроцены, N-ММА, МТБЭ).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована ссылка на следующий стандарт:

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочного стандарта в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстрагировании из бензина и минерализации железосодержащей присадки смесью серной кислоты и пероксида водорода и последующем фотоколориметрическом определении железа в виде комплекса с сульфосалициловой кислотой.

Издание официальное

4 Аппаратура, реактивы, материалы

4.1 Спектрофотометр типа СФ или фотоколориметр типов КФК-2МП, ФЭК-М или другой с пределами измерения светопропускания от 100 % до 5 % (от 0 до 2 по шкале оптической плотности), с абсолютной погрешностью не более 1 % и ценой деления по шкале пропускания 0,5 %, обеспечивающий измерение оптической плотности в области (420 ± 20) нм.

4.2 Весы аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 мг, с пределом допускаемой погрешности не более ± 0,2 мг.

4.3 Электроплитка или песчаная баня.

4.4 Колбы конические КН-1-100-18.

4.5 Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см ^{3}.

4.6 Пипетки 1-2-2-1, 1-2-2-5, 1-2-2-10.

4.7 Цилиндры мерные 2-25, 2-50 или 3-25, 3-50.

4.8 Кюветы для фотоколориметра с рабочей длиной стенки 30 мм.

4.9 Воронка типа ВД-1-100 ХС.

4.10 Стакан В-1-100 ТС или Н-1-100.

4.11 Кислота щавелевая, х.ч. или ч.д.а.

4.12 Натрий хлористый, х.ч.

4.13 Спирт этиловый ректификованный технический.

4.14 Вода дистиллированная, pH 5,4 ÷ 6,6.

4.15 Калий двухромовокислый.

4.16 Кислота серная плотностью 1,84 г/ см^3, х.ч.

4.17 Смесь хромовая (раствор калия двухромовокислого с массовой долей 5 % в серной кислоте плотностью 1,84 г/см^3), приготовленная по ГОСТ 4517.

4.18 Раствор серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3 в дистиллированной воде в соотношении 1:4 (по объему).

4.19 Кислота соляная, х.ч.

4.20 Кислота азотная, х.ч.

4.21 Кислота сульфосалициловая, х.ч., 10%-ный раствор.

4.22 Пероксид водорода, х.ч., 30%-ный раствор.

4.23 Аммиак водный, х.ч.

4.24 Железо особой чистоты, или квасцы железоаммонийные, х.ч., или соль Мора, ч.д.а.

4.25 Бумажные фильтры «синяя лента».

4.26 Набор гирь.

4.27 Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до температуры (105 ± 5) °С.

Допускается применение аналогичных средств измерения, реактивов и аппаратуры по классу точности и чистоте не ниже предусмотренных стандартом.

5 Подготовка к испытанию

5.1 Стеклянную лабораторную посуду, используемую для испытаний, обрабатывают хромовой смесью, промывают горячей водопроводной водой, дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу.

5.2 Спектрофометр типа СФ или фотоэлектроколориметр подготавливают согласно инструкции по эксплуатации и устанавливают длину световой волны в области (420 ± 20) нм, отвечающую максимуму светопоглощения для исследуемых растворов.

5.3 Кюветы для фотоколориметра или спектрофотометра с рабочей длиной стенки 30 мм промывают дистиллированной водой, затем этиловым спиртом и сушат на воздухе. Заполняют кюветы дистиллированной водой и измеряют оптическую плотность относительно воздуха.

Две кюветы считают пригодными для работы в паре, если разность измеряемых значений оптической плотности не превышает 0,02. Для последующих измерений кюветы промывают дистиллированной водой, затем этиловым спиртом или ополаскивают изнутри исследуемым раствором.

5.4 Приготовление растворов железа

5.4.1 Приготовление раствора А

В стакан вместимостью 100 см^3 помещают (0,1 ± 0,0001) г железа (4.24) и 20 см^3 раствора серной кислоты (4.18). При небольшом подогреве на электроплитке растворяют железо в растворе кислоты,

приливают 5 см^3 соляной кислоты, затем 3—5 см^3 азотной кислоты и охлаждают до комнатной температуры.

Стандартный раствор железа количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

В 1 см^3 полученного раствора А содержится 0,1 мг железа.

5.4.2 Приготовление раствора А из солей железа

0,8640 г железоаммонийных квасцов или 0,7021 г свежеперекристаллизованной соли Мора (в пересчете на 100%-ный реактив) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в дистиллированной воде. Затем раствор подкисляют 5 см^3 концентрированной серной кислоты, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. В 1 см^3 полученного раствора А содержится 0,1 мг железа.

5.4.3 Приготовление раствора Б

10 см^3 раствора А, приготовленного по 5.4.1, 5.4.2, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. В 1 см^3 раствора Б содержится 0,01 мг железа.

Раствор Б готовят непосредственно перед проведением градуировки спектрофотометра или фотоколориметра.

5.5 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0;9,0; 10,0; 15,0; 20,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,08; 0,10; 0,15; 0,20 мг железа.

В каждую колбу приливают по 10 см^3 10%-ного раствора сульфосалициловой кислоты, затем раствор концентрированного аммиака до получения устойчивой желтой окраски, после чего добавляют небольшой избыток аммиака (1—2 см^3), доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Ждут окончания выделения пузырьков газа.

На фотоколориметре в кюветах с рабочей длиной стенки 30 мм при длине световой волны в области (420 ± 20) нм измеряют оптическую плотность приготовленных градуировочных растворов. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

За значение оптической плотности раствора принимают среднеарифметическое двух последовательных измерений, расхождение между которыми не должно превышать значение, указанное в таблице 1.

Таблица 1 — Допускаемые расхождения значений оптической плотности, полученных в условиях двух последовательных измерений

Интервал значений оптической плотности	Допускаемое расхождение значений оптической плотности
0—0,1	0,003
0,1—0,2	0,01
0,2—0,4	0,02
0,4—0,6	0,04
0,6—0,8	0,06
0,8—1,0	0,08

На основании полученных результатов строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массовой концентрации железа в растворах в мг, а на оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

5.6 Приготовление экстрагирующего раствора (экстрагента)

Экстрагирующий раствор (экстрагент) содержит в 1 дм^3 3 моля серной кислоты и 1 моль пероксида водорода.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают приблизительно 50 см^3 дистиллированной воды, прибавляют 17 см^3 серной кислоты (плотность 1,84 г /см^3), охлаждают до комнатной температуры, добавляют 11,5 см^3 30%-ного пероксида водорода, перемешивают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Экстрагирующий раствор сохраняет свои свойства в течение 1 недели со дня приготовления.

6 Проведение испытаний

6.1 Способ А

6.1.1 20 см^3 образца исследуемого бензина профильтровывают через бумажный фильтр «синяя лента». В коническую колбу вместимостью 100 см^3 наливают из мерного цилиндра 10 см^3 экстрагента и пипеткой, в соответствии с таблицей 2, вносят профильтрованный образец бензина.

Таблица 2 — Объем пробы бензина, используемый для испытания

Предполагаемая массовая концентрация железа, г/дм^3	Объем образца бензина, см^3
До 0,015	4,0
От 0,015 до 0,025	2,0
От 0,025 до 0,060	1,0
Св. 0,060	0,5

6.1.2 Осторожно нагревают колбу на электроплитке или песчаной бане, перемешивают жидкость легким встряхиванием, не допуская бурного вскипания и разбрызгивания. Периодически подливают небольшие порции дистиллированной воды (2—3 см^3), поддерживая слабое кипение. Добиваются полного удаления бензинового слоя (10—15 мин). При этом железо переходит в нижний слой — экстракт.

6.1.3 Экстракт охлаждают и переносят количественно из конической в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Прибавляют 10 см^3 10%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и затем, не допуская перегрева, порциями по 2—3 см^3, концентрированный раствор аммиака до получения устойчивой желтой окраски, после чего добавляют небольшой избыток аммиака (1—2 см^3) и охлаждают раствор до комнатной температуры, давая выход пузырькам газа. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают и выдерживают 10—15 мин.

6.1.4 Определяют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре типа СФ или на фотоколориметре при длине световой волны в области (420 ± 20) нм в кюветах с рабочей длиной стенки 30 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

6.2 Способ Б

25 см^3 исследуемого бензина помещают в делительную воронку и промывают 5—6 раз порциями по 25 см^3 1%-ной щавелевой кислоты, затем 1 раз дистиллированной водой. Продолжительность каждой промывки 2—3 мин.

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 наливают из мерного цилиндра 10 см^3 экстрагента (5.6) и пипеткой, в соответствии с таблицей 2, вносят образец промытого бензина.

Далее испытание проводят по 6.1.2—6.1.4.

6.3 Способ В

25 см^3 исследуемого бензина заливают в делительную воронку и промывают 5 – 6 раз порциями по 25 см^3 насыщенного раствора NaCl, содержащего 1 % (по массе) щавелевой кислоты, затем 1 раз дистиллированной водой. Продолжительность каждой промывки 2—3 мин.

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 наливают из мерного цилиндра 10 см^3 экстрагента и пипеткой, в соответствии с таблицей 2, вносят пробу промытого бензина.

Далее испытание проводят по 6.1.2—6.1.4.

7 Обработка результатов испытаний

7.1 Рассчитывают массовую концентрацию железа в бензине C, мг/см^3, по формуле

$$C = \frac{m}{V},$$

где m — масса железа в колориметрируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем пробы бензина, взятый для анализа, см^3.

Записывают результат, выраженный в мг/дм^3.

За результат испытаний принимают среднеарифметическое двух последовательных измерений (двух единичных результатов).

8 Прецизионность метода

8.1 **повторяемость** (сходимость): Степень близости друг к другу независимых результатов испытаний, полученных одним и тем же методом на идентичном материале в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования в пределах короткого промежутка времени.

Предел повторяемости (сходимости) *r*.

Абсолютное значение разности двух единичных результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости с доверительной вероятностью 95 %, составляет 0,003 г/дм^3.

8.2 **воспроизводимость**: Степень близости друг к другу независимых результатов испытаний, полученных одним и тем же методом на идентичном материале в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования.

Предел воспроизводимости *R*.

Абсолютное значение разности двух результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости с доверительной вероятностью 95 %, составляет 0,005 г/дм^3.

УДК 621.792.543.06:006.354 ОКС 19.020 Б19 ОКСТУ 0209
75.160.20

Ключевые слова: автомобильные бензины, железо, метод определения, фотоколориметр, спектрофотометр, ферроценовые присадки, стандартный раствор, экстрагирующий раствор

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

Подписано в печать 20.07.2007. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 53 экз. Зак. 590.

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