ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕНЗИНЫ

Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Издание официальное

БЗ 6—2000/164

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы» (ОАО «ВНИИНП»)

ВНЕСЕН Департаментом нефтепереработки Министерства энергетики Российской Федерации

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 25 сентября 2002 г. № 353-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст АСТМ Д 3237—97 «Стандартный метод определения свинца в бензине атомно-абсорбционной спектроскопией»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Аппаратура 1
4 Реактивы 1
5 Отбор проб 2
6 Калибровка 2
7 Проведение испытания 3
8 Обработка результатов 3
9 Точность 3
Приложение А Перечень нормативных документов, используемых в настоящем стандарте 4

Поправка к ГОСТ Р 51942—2002 Бензины. Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 8.1. Второй абзац	—	За отсутствие принимается концентрация свинца менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (1.1).

(ИУС № 7 2009 г.)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕНЗИНЫ

Определение свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Gasolines. Determination of lead by method of atomic absorption spectrometry

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего содержания свинца от 2,5 до 25 мг/дм^3 в бензинах любого состава независимо от типа алкилата свинца.

Образец бензина разбавляют метилизобутилкетоном и стабилизируют алкильные соединения свинца с помощью реакций с йодом и солью четвертичного аммонийного основания. Содержание свинца в образце определяют пламенной атомно-абсорбционной спектрометрией при 283,3 нм, используя стандарты, приготовленные из хлорида свинца (х.ч.). При применении указанной обработки все алкильные производные свинца дают идентичный сигнал.

Настоящий метод используют для определения следовых количеств свинца в неэтилированных бензинах.

1.2 Настоящий стандарт не рассматривает проблемы безопасности, связанные с применением этого метода. Соответствующие меры техники безопасности, охраны здоровья и обязательные ограничения устанавливает пользователь стандарта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на нормативные документы, приведенные в приложении А.

3 Аппаратура

3.1 Спектрометр атомно-абсорбционный, способный обеспечивать расширение шкалы и регулировку распылителя, снабженный щелевой горелкой и камерой предварительного перемешивания для использования воздушно-ацетиленового пламени.

3.2 Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250 см^3 и 1 дм^3.

3.3 Пипетки вместимостью 2,5, 10, 20 и 50 см^3.

3.4 Микропипетка вместимостью 100 мкл типа Эппендорфа или равноценная.

4 Реактивы

4.1 Чистота реактивов

Во всех испытаниях должны использоваться реактивы квалификации х.ч.

Можно применять реактивы другой квалификации при условии высокой чистоты, позволяющей их применение без снижения точности определения.

4.2 Вода реактивная типа II или III [1].

4.3 Трикаприлметиламмонийхлорид (Aliquot 336, далее — Аликвот 336).

4.4 Раствор Аликвот 336 в метилизобутиловом кетоне (МИБК) объемной доли 10 %.

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 наливают 100 см^3 (88 г) Аликвот 336 и доливают до 1 дм^3 МИБК.

Издание официальное

4.5 Раствор Аликвот 336 в МИБК объемной доли 1 %.

В мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ наливают 10 $см^3$ (8,8 г) 336 и доливают до 1 $дм^3$ МИБК.

4.6 Раствор йода: в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 3,0 г кристаллов йода и доливают до 100 $см^3$ толуолом.

4.7 Хлорид свинца ($PbCl_2$), высушенный при 105 °С в течение 3 ч.

4.8 Бензин концентрации свинца менее 1,32 $мг/дм^3$.

Примечание. Для подтверждения концентраций свинца менее 1,32 $мг/дм^3$ используют методы испытания АСТМ [2], [4]. Методика очистки газотурбинного топлива изложена в приложении А.4 метода испытания АСТМ [3] и может быть использована для получения бензина, не содержащего свинец, из бензина с низким содержанием свинца.

4.9 Стандартный раствор концентрации свинца 1,32 $г/дм^3$ 0,4433 г высушенного хлорида свинца помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и приливают 200 $см^3$ 10 %-ного раствора Аликвот 336 в МИБК. Доливают до метки 10 %-ным раствором Аликвот 336 в МИБК, перемешивают и хранят в коричневой бутылке с колпачком, футерованным полиэтиленом. Этот раствор содержит 1321 мг $Pb/дм^3$.

4.10 Стандартный раствор концентрации свинца 264 $мг/дм^3$

Пипеткой аккуратно переносят 50,0 $см^3$ раствора концетрации 1,32 $г/дм^3$ в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и доливают до метки 1 %-ным раствором Аликвот 336 в МИБК. Хранят в коричневой бутылке с колпачком, футерованным полиэтиленом.

4.11. Стандартные растворы концентрации свинца 5,3; 13,2 и 26,4 $мг/дм^3$

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ аккуратно пипетками переносят 2,0; 5,0 и 10,0 $см^3$ стандартного раствора свинца 264 $мг/дм^3$, добавляют 5,0 $см^3$ 1 %-ного раствора Аликвот 336 в МИБК в каждую колбу, доливают до метки МИБК. Хорошо перемешивают и хранят в бутылках с колпачками, футерованными полиэтиленом.

4.12 Метилизобутилкетон (МИБК) (4-метил-2-пентанон).

5 Отбор проб

5.1 Образцы бензина отбирают в соответствии с руководством по отбору проб [5].

5.2 Образец отбирают в металлический контейнер, который может быть запаян, чтобы не было утечки, и хранят до анализа в условиях, близких к условиям испытания.

6 Калибровка

6.1 Приготовление рабочих стандартов

6.1.1 В три мерные колбы вместимостью 50 $см^3$, содержащие по 30 $см^3$ МИБК, добавляют 5,0 $см^3$ стандартного раствора (4.11) концентрации свинца соответственно 5,3; 13,2 и 26,4 $мг/дм^3$ и 5 $см^3$ бензина, не содержащего свинец.

В четвертую колбу, также содержащую 30 $см^3$ МИБК и используемую для приготовления холостого раствора, добавляют только 5 $см^3$ бензина, не содержащего свинец.

6.1.2 Сразу же с помощью пипетки Эппендорфа в каждую колбу добавляют 0,1 $см^3$ (100 мкл) раствора йода в толуоле, хорошо перемешивают и оставляют раствор реагировать в течение 1 мин.

6.1.3 Затем в каждую колбу добавляют 5 $см^3$ 1 %-ного раствора Аликвот 336 в МИБК, доводят до метки МИБК и хорошо перемешивают.

6.2 Подготовка прибора

Оптимизируют работу атомно-абсорбционного спектрометра для определения свинца при 283,3 нм. С помощью холостого раствора регулируют газовую смесь и скорость всасывания образца, чтобы получить окислительное пламя светло-голубого цвета без признаков наличия топлива.

6.2.1 Всасывают рабочий стандарт концентрации свинца 26,4 $мг/дм^3$ и регулируют положение горелки до получения максимального сигнала. В некоторых приборах требуется расширить шкалу, чтобы получить для данного стандарта показание 0,150 — 0,170.

6.2.2 Всасывают холостой раствор для установления прибора на нуль и проверяют линейность сигнала поглощения для трех рабочих стандартов.

7 Проведение испытания

7.1 В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, содержащую 30 $см^3$ МИБК, добавляют 5,0 $см^3$ образца бензина и перемешивают.

7.1.1 С помощью пипетки добавляют 0,10 $см^3$ раствора йода в толуоле и выдерживают смесь в течение 1 мин.

7.1.2 Добавляют 5,0 $см^3$ 1 %-ного раствора Аликвот 336 в МИБК и перемешивают.

7.1.3 Доводят объем в мерной колбе до метки с помощью МИБК и перемешивают.

7.2 Всасывают образцы и рабочие стандарты и записывают значения поглощения (абсорбции), часто проверяя нуль спектрометра.

8 Обработка результатов

8.1 Строят график зависимости величин поглощения (абсорбции) от концентрации свинца в рабочих стандартах и рассчитывают по графику концентрацию свинца в анализируемом образце.

9 Точность

9.1 Точность метода, полученная статистическим исследованием межлабораторных результатов испытания, приведена в 9.1.1 и 9.1.2.

9.1.1 Сходимость

Расхождение последовательных результатов испытания, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянно действующих условиях на идентичном исследуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном использовании метода испытания, не должно превышать 1,3 $мг/дм^3$ более чем в одном случае из двадцати.

9.1.2 Воспроизводимость

Расхождение двух единичных и независимых результатов, полученных различными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном исследуемом материале, в течение длительного времени при нормальном и правильном использовании метода испытания не должно превышать 2,6 $мг/дм^3$ более чем в одном случае из двадцати.

9.2 Отклонение

Отклонение для данного метода испытания было определено в двух отдельных лабораториях, анализирующих стандартные образцы (таблица 1).

Таблица 1

Образец	Эталон, содержащий свинец, $г/дм^3$ (г/амер. галлон)	Наблюдаемые результаты, $г/дм^3$ (г/амер. галлон)			
		Лаборатория 1		Лаборатория 2	
SRM 2712	0,0082 (0,031)	0,0085 (0,032)	0,0087 (0,033)	0,0090 (0,034)	0,0087 (0,033)
SRM 2713	0,0137 (0,052)	0,0135 (0,051)	0,0143 (0,054)	0,0132 (0,050)	0,0135 (0,051)
SRM 2714	0,0198 (0,075)	0,0203 (0,077)	0,0209 (0,079)	— —	— —

Расхождения между полученными значениями находятся в пределах сходимости метода испытания, что указывает на отсутствие отклонения.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Перечень нормативных документов, используемых в настоящем стандарте

[1] АСТМ Д 1193 Спецификация на воду-реактив
[2] АСТМ Д 1368 Метод определения следовых количеств свинца в первичных эталонных топливах
[3] АСТМ Д 2550 Метод определения характеристик отделения воды в авиационных турбинных топливах
[4] АСТМ Д 3116 Метод определения содержания следовых количеств свинца в бензине
[5] АСТМ Д 4057 Руководство по отбору проб нефти и нефтепродуктов вручную

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 75.160.20 Б19 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: бензин, свинец, атомно-абсорбционная спектрометрия

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 16.10.2002. Подписано в печать 29.10.2002. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50.
Тираж 334 экз. С 7941. Зак. 960.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru