ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ И АВИАЦИОННЫЕ

Определение бензола методом инфракрасной спектроскопии

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 23 августа 2002 г. № 309-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст АСТМ Д 4053—98 «Стандартный метод определения бензола в автомобильном и авиационном бензине с помощью инфракрасной спектроскопии»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2005 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2002
© Стандартинформ, 2005

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 Определения 1
4 Аппаратура 2
5 Реактивы 2
6 Отбор проб 2
7 Подготовка к испытанию 2
8 Проведение испытания 3
9 Обработка результатов 3
10 Точность метода 3
Приложение А Требования безопасности 4
Приложение Б Перечень нормативных документов, используемых в настоящем стандарте . . . 4

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ И АВИАЦИОННЫЕ

Определение бензола методом инфракрасной спектроскопии

Motor and aviation gasolines.
Determination of benzene by method of infrared spectroscopy

Дата введения 2003—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения бензола от 0,1 % до 5,0 % (по объему) в автомобильных и авиационных бензинах.

Настоящий стандарт не распространяется на бензины, содержащие оксигенаты.

Сущность метода состоит в ИК-спектроскопии и последующем сравнении с результатами испытания калибровочных смесей с известной объемной долей бензола и учетом поправки на мешающие факторы.

1.2 Требования безопасности приведены в приложении А.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на нормативные документы, указанные в приложении Б.

3 Определения

3.1 В настоящем стандарте используют следующие термины и соответствующие определения [2]:

3.1.1 **поглощение *A*:** Свойство молекул вещества поглощать излучение. Поглощение определяют по формуле

$$A = \log_{10}(1/T) = -\log_{10} T, \qquad (1)$$

где T — коэффициент пропускания (3.1.4).

3.1.2 **энергия излучения:** Энергия, испускаемая в виде электромагнитных волн.

3.1.3 **мощность излучения *P*:** Скорость энергии в пучке энергии излучения.

3.1.4 **коэффициент пропускания *T*:** Свойство молекул вещества, определяющее его возможность пропускать излучение. Коэффициент пропускания вычисляют по формуле

$$T = P/P_0, \qquad (2)$$

где P — мощность излучения, прошедшего через образец;

P_0 — мощность излучения, поступающего на образец.

Издание официальное

4 Аппаратура

4.1 ИК-спектрометр двухлучевой или однолучевой, обеспечивающий запись точных измерений от 690 $см^{-1}$ (14,49 мкм) до 440 $см^{-1}$ (22,73 мкм) [3], [4].

Примечание — Предполагается, что измеряемые величины поглощения, получаемые при использовании этого метода, попадают в линейный рабочий диапазон современных спектрометров для определенного предела концентраций.

4.2 Абсорбционная кювета, герметичная, с окнами из бромида калия или другого материала, имеющего достаточный коэффициент пропускания до 440 $см^{-1}$ (22,73 мкм), с тефлоновой (TFE) крышкой и номинальной длиной пути 0,025 мм, определяемой до третьего десятичного знака.

4.3 Блок сравнения, чистый для пропускания пучка сравнения двухлучевого спектрометра, изготовлен из того же материала, что и окна кюветы.

5 Реактивы

5.1 Бензол для спектроскопии или квалификации ч.

5.2 Толуол для спектроскопии или квалификации ч.

5.3 Изооктан (2,2,4-триметилпентан) или *н*-гептан для спектроскопии или квалификации ч.

6 Отбор проб

6.1 Отбор проб производится в соответствии с [1].

6.2 Контейнер с образцом охлаждают до температуры от 0 до 4 °С, затем его открывают и переносят образец в другой контейнер.

7 Подготовка к испытанию

7.1 Стандартные смеси

Готовят стандартные смеси бензола, используя в качестве растворителя свежую широкую фракцию бензина с низкой объемной долей бензола (менее 1 %). Измеряют и разбавляют все компоненты при температуре окружающей среды. Пипеткой с большой точностью вводят требуемый объем бензола в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, частично наполненные бензином. Доводят до метки бензином. Готовят смеси, увеличивая каждый раз объем бензола на 1 %.

7.2 Стандартный раствор толуола

Готовят смесь толуола в изооктане или *н*-гептане. Измеряют и разбавляют все компоненты при температуре окружающей среды. Пипеткой с большой точностью вводят 2 $см^3$ толуола в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, частично наполненную изооктаном или *н*-гептаном. Доводят до метки выбранным растворителем.

7.3 Калибровка

7.3.1 Для каждой стандартной смеси и базового компонента бензина определяют три значения поглощения:

1 — в точке максимального поглощения 673 $см^{-1}$ (14,86 мкм), соответствующей полосе бензола;

2 — в точке максимального поглощения 460 $см^{-1}$ (21,74 мкм), соответствующей полосе толуола и

3 — при 500 $см^{-1}$ (20,00 мкм), соответствующей положению базовой линии.

7.3.2 Для стандартного раствора толуола определяют значения поглощения в областях спектра (7.3.1) для полос бензола, толуола и положения базовой линии. Вычитают значение поглощения, соответствующее положению базовой линии при 500 $см^{-1}$, из значений, определенных для бензола при 673 $см^{-1}$ и толуола при 460 $см^{-1}$, для получения чистого поглощения каждого из них. Для получения поправочного коэффициента на толуол определяют отношение поглощения бензола к поглощению толуола.

Примечание — Толуол и более тяжелые ароматические соединения оказывают мешающее воздействие. Чтобы свести к минимуму влияние этих помех, в метод включена процедура, которая вносит поправку на ошибку, вызванную присутствием толуола. Ошибка, вызванная другими источниками помех, может быть частично компенсирована калибровкой с использованием базовых бензинов, содержащих в малых количествах или не содержащих бензол, но с таким же содержанием ароматических углеводородов, как в анализируемых образцах.

7.3.3 Для базового компонента бензина и каждой смеси, рассмотренной в 7.3.1, получают чистое значение поглощения на полосах бензола и толуола вычитанием значения поглощения, соответствующего положению базовой линии, из значения поглощения, определенного в максимуме полос. Процедуру проводят для каждой жидкости, умножают чистое поглощение, определенное для полосы толуола, на поправочный коэффициент толуола (7.3.2) и вычитают это значение из чистого поглощения, определенного для полосы бензола, чтобы получить чистое скорректированное значение поглощения для полосы бензола.

7.3.4 Строят кривую зависимости чистого скорректированного значения поглощения бензола для каждой калибровочной жидкости, определенной в 7.3.3 и деленной на длину пути кюветы в миллиметрах, от объемного процента добавленного бензола для каждой калибровочной жидкости.

7.3.5 Экстраполируют кривую к нулевому значению поглощения. За объемную долю бензола в бензине, использованном в качестве растворителя, принимают абсолютное значение в точке пересечения.

7.3.6 Строят калибровочную кривую стандартных смесей, повторно нанося на график значения поглощения, соответствующие базовой линии, через каждый миллиметр, (7.3.5) относительно общей объемной доли бензола таким образом, чтобы кривая проходила через начало координат.

Примечание — Вместо графика может быть использовано линейное уравнение.

8 Проведение испытания

8.1 Промывают кювету изооктаном или аналогичным растворителем и сушат под вакуумом.

8.2 Наполняют абсорбционную кювету испытуемым образцом. Во время этой операции кювета и образец должны быть при температуре окружающей среды. При наличии конденсации влаги помещают кювету в сухую инертную атмосферу. Принимают меры предосторожности, чтобы не допустить образования воздушных карманов в кювете, и немедленно сканируют во избежание образования пузырьков. Во время периода сканирования наблюдают за кюветой, контролируя образование пузырьков.

8.3 Сканируют инфракрасный спектр от 690 $см^{-1}$ (14,99 мкм) до 440 $см^{-1}$ (22,73 мкм) и сопоставляют с чистым блоком сравнения в пучке сравнения (для двухлучевого режима); при сканировании необходимо следовать указаниям фирмы-изготовителя.

8.4 Определяют и корректируют чистое поглощение для полосы бензола, как указано в 7.3.3.

8.5 Вычисляют отношение скорректированной полосы поглощения для бензола (8.4) к длине стороны кюветы в миллиметрах.

9 Обработка результатов

9.1 Рассчитывают объемную долю бензола в бензине в процентах, используя калибровочную кривую (7.3.6) или уравнение (см. примечание к 7.3.6) вместе с поглощением в полосе бензола, установленным в 8.5.

9.2 При необходимости объемную долю переводят в массовую долю B, %, по формуле

$$B = V\,0{,}8844/R, \qquad (3)$$

где V — объемная доля бензола;

R — относительная плотность образца, 15/15 °С.

9.3 Результат вычисляют с точностью до первого десятичного знака.

10 Точность метода

10.1 Точность метода, полученная статистическим исследованием межлабораторных результатов испытания, приведена в 10.1.1 и 10.1.2.

10.1.1 Сходимость

Расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одном и том же аппарате в постоянных рабочих условиях на идентичном испытательном материале, в длительном процессе работы при нормальном и правильном исполнении метода, не должно превышать 0,08 % более чем в одном случае из двадцати.

10.1.2 Воспроизводимость

Расхождение двух отдельных независимых результатов, полученных различными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытательном материале, в длительном процессе работы при нормальном и правильном исполнении метода, не должно превышать 0,18 % более чем в одном случае из двадцати.

10.1.3 Отклонение

Для статистического определения отклонения данных межлабораторных испытаний нет.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Требования безопасности

А.1 Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение проблем техники безопасности, связанных с его использованием. Соответствующие меры техники безопасности и охраны здоровья и обязательные ограничения устанавливает пользователь этого стандарта.

Характеристики наиболее опасных реактивов, применяемых в стандарте, следующие:

бензол — яд, канцероген, смертельный в случае проглатывания, легковоспламеняющийся;

толуол — опасен при вдыхании, сильно воспламеняющийся;

изооктан и *н*-гептан — легко воспламеняются, опасны при вдыхании;

бензины — легко воспламеняются, опасны при вдыхании.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Перечень нормативных документов, используемых в настоящем стандарте

[1] АСТМ Д 4057 Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов

[2] АСТМ Д 131 Терминология, относящаяся к молекулярной спектроскопии

[3] АСТМ Д 932 Практическое руководство по описанию и измерению характеристик спектрофотометров ультрафиолетовой, видимой и ближней инфракрасной областей

[4] АСТМ Д 1421 Практическое руководство по описанию и измерению характеристик инфракрасного спектрофотометра разложением в ряд Фурье (FT — IR)

УДК 665.633.001.4:006.354 ОКС 75.160.20 Б19 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: авиационный бензин, автомобильный бензин, бензол, инфракрасная спектроскопия

Редактор *Т.А. Леонова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 09.08.2005. Формат 60 × 84$^1/_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55. Тираж 64 экз. Зак. 562. С 1649.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано в ИПК Издательство стандартов на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru