ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕНЗИНЫ

Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Издание официальное

БЗ 1—2002/393

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 26 июля 2002 г. № 290-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст АСТМ Д 3831—98 «Стандартный метод определения марганца в бензине с помощью атомно-абсорбционной спектроскопии»

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 Назначение 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Значение и применение 1
5 Аппаратура 1
6 Реактивы 2
7 Отбор проб 2
8 Калибровка 2
9 Проведение испытания 3
10 Обработка результатов 3
11 Точность и отклонение 3
Приложение А Перечень нормативных документов на методы испытаний, применяемых в настоящем стандарте 4

Поправка к ГОСТ Р 51925—2002 Бензины. Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 10.1. Четвертый абзац	—	За отсутствие принимается концентрация марганца менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (1.1).

(ИУС № 7 2009 г.)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕНЗИНЫ

Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Gasolines.
Determination of manganese by method of atomic absorption spectroscopy

Дата введения 2003—01—01

1 Назначение

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего содержания марганца, присутствующего в виде метилциклопентадиенилтрикарбонил марганца (ММТ) в диапазоне концентраций 0,25—30 мг Mn/дм^3, в бензине.

1.2 Этот метод не может быть использован для бензина, содержащего продукты глубокого крекинга (бромное число более 20) [1].

1.3 Этот метод испытания был разработан и опробован специально для определения ММТ в бензине в указанном диапазоне концентраций. Применение метода к другим пределам концентраций для определения ММТ в других веществах или для определения других соединений марганца в бензине не было опробовано.

1.4 Требования техники безопасности и охраны здоровья, а также регламентированные ограничения перед использованием метода устанавливает пользователь.

1.5 Значения, установленные в единицах СИ, являются стандартными.

2 Нормативные ссылки

2.1 Перечень нормативных документов на методы испытаний, используемых в настоящем стандарте, представлен в приложении А.

3 Сущность метода

Образец бензина обрабатывают бромом и разбавляют метилизобутилкетоном. Концентрацию марганца в образце определяют атомно-абсорбционной спектрометрией с использованием ацетилено-воздушного пламени при 279,5 нм и стандартных растворов, приготовленных из стандартного марганец-органического соединения.

4 Значение и применение

Некоторые марганец-органические соединения действуют при введении в бензин как антидетонационные присадки. Этот метод испытания позволяет определить концентрацию такого вещества в образце бензина.

5 Аппаратура

5.1 Спектрометр абсорбционный атомный с возможностью расширения шкалы, оснащенный трубкой с полым катодом для контроля абсорбции марганца при 279,5 нм, щелевой горелкой предварительного смешения с вращающейся головкой и регулируемым распылителем.

Издание официальное

5.2 Ампулы стеклянные вместимостью 40 $см^3$ с навинчивающимся колпачком с полиэтиленовой облицовкой.

5.3 Пипетка дозирующая вместимостью 1 $см^3$.

5.4 Микропипетка вместимостью 100 мкл, типа Эппендорфа или равноценная.

5.5 Автоматическая пипетка, с круглодонной бутылью из желтого стекла вместимостью 950 $см^3$ и объемом подачи 10 $см^3$, обеспечивающая подачу пробы по 9,0 $см^3$ или аналогичная, обеспечивающая установленную точность определения.

6 Реактивы

6.1 Чистота реактивов

Используют реактивы квалификации х. ч. При отсутствии других указаний это означает, что все реактивы соответствуют требованиям спецификаций Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества. Могут быть использованы другие реактивы при условии достаточно высокой степени чистоты для использования их без снижения точности определения.

6.2 Раствор брома

Бром, х. ч., вводят в равный объем четыреххлористого углерода.

Примечания

1 Предостережение. В дополнение к другим предостережениям бром может вызывать сильные и болезненные ожоги при контакте с кожей. При приготовлении раствора необходимо надеть защитные перчатки. Приготовление, хранение и использование брома следует проводить в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу.

2 Предостережение. Четыреххлористый углерод является известным канцерогеном. Необходимо принять соответствующие меры безопасности и избегать любого контакта.

6.3 Раствор марганца стандартный концентрации марганца 13,2; 26,42 и 39,63 мг Mn/$дм^3$.

Разбавляют стандартный раствор марганца 264,2 мг Mn/$дм^3$ метилизобутилкетоном, пользуясь мерной химической посудой для получения стандартных растворов марганца заданных концентраций.

6.4 Раствор марганца стандартный концентрации 264,2 мг Mn/$дм^3$.

Растворяют соответствующее количество сульфоната марганца в метилизобутилкетоне для получения стандартного раствора концентрации 264,2 мг Mn/$дм^3$.

6.5 Сульфонат марганца.

6.6 Метилизобутилкетон, х, ч.

Примечания

1 Предостережение. Метилизобутилкетон воспламеняем, пары вредны для здоровья.

2 Растворы ММТ в бензине химически нестабильны, если подвергаются воздействию света. Если образец бензина подвергается воздействию света до стабилизации во время анализа, могут быть получены низкие и неупорядоченные результаты.

7 Отбор проб

7.1 Пробы бензина отбирают в соответствии с [1, 2].

7.2 Пробы бензина отбирают непосредственно в цельнометаллический сосуд и как можно скорее проводят анализ.

8 Калибровка

8.1 Приготовление рабочих стандартных растворов

Готовят три рабочих раствора, используя стандартные растворы марганца 13,2; 26,42; 39,63 мг Mn/$дм^3$ (6.3).

8.1.1 Пользуясь микропипеткой, вводят 100 мкл бромного раствора в каждую из трех отдельных стеклянных ампул на 40 $см^3$.

8.1.2 Вводят пипеткой 1 $см^3$ каждого из трех стандартных растворов марганца низкой концентрации в каждую стеклянную ампулу. Смешивают с раствором брома круговым встряхиванием ампул.

8.1.3 Автоматической пипеткой вводят 9,0 $см^3$ метилизобутилкетона в каждую ампулу. Хорошо перемешивают. Этот раствор десятикратного разбавления стандартных растворов марганца низкой концентрации аналогичен конечному разбавлению пробы.

8.2 Подготовка прибора

Устанавливают рабочий режим атомного абсорбционного спектрометра в условиях, рекомен-

дованных изготовителем для контроля абсорбции марганца при 279,5 нм с использованием воздушно-ацетиленового пламени.

8.2.1 Вводят метилизобутилкетон в пламя. Для получения слабого несветящегося пламени регулируют скорости потоков образца, ацетилена и воздуха.

8.2.2 Вводят рабочий стандартный раствор марганца 39,63 мг Mn/дм^3 и отмечают интенсивность поглощения. Если интенсивность поглощения превышает 0,1 единицы, вращают головку горелки, чтобы снизить интенсивность поглощения приблизительно до 0,1 единицы. Устанавливают прибор на ноль с помощью метилизобутилкетона. Использование низкого предела интенсивности поглощения помогает в достижении линейности графика.

8.2.3 Растягивают шкалу прибора таким образом, чтобы рабочий стандартный раствор марганца концентрации 39,63 мг Mn/дм^3 давал отклонение самописца почти на всю шкалу.

8.2.4 Вводят поочередно три рабочих раствора, в которых метилизобутилкетон используют как холостой раствор. Записывают интенсивность поглощения и проверяют эти данные на линейность. В случае нелинейности снова слегка регулируют скорость потока пробы или ацетилена, или то и другое, и повторяют калибровку до достижения линейной зависимости.

9 Проведение испытания

9.1 В стеклянную ампулу с помощью микропипетки вводят 100 мкл раствора брома.

9.2 Добавляют 1,0 см^3 пробы бензина, пользуясь пипеткой вместимостью 1 см^3, и хорошо перемешивают.

9.3 Автоматической пипеткой добавляют 9,0 см^3 метилизобутилкетона.

9.4 Вводят рабочие стандартные растворы и пробу в пламя и записывают интенсивность поглощения каждого.

Примечание — Измеряют интенсивности поглощения рабочих растворов и проб немедленно, так как интенсивности поглощения могут со временем меняться.

10 Обработка результатов

10.1 Строят график зависимости интенсивности поглощения, полученной при введении рабочих стандартных растворов, от концентрации марганца и проводят через точки прямую линию.

Отсчитывают по графику концентрацию марганца, соответствующую интенсивности поглощения пробы бензина с точностью до 0,2 мг/см^3.

Могут быть использованы другие приемы снятия показаний для расчета, например прием калибровки шкалы по концентрации, если они доступны. Для получения линейной калибровочной зависимости должен быть использован диапазон интенсивности поглощения, указанный в 8.2.2.

11 Точность и отклонение

11.1 Точность

Точность метода, определенная статистическим анализом результатов межлабораторных испытаний, приведена в 11.1.1 и 11.1.2.

11.1.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение результатов двух последовательных испытаний, полученных одним оператором на одном и том же приборе в постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени работы при нормальном и правильном выполнении метода, может превысить величину $0{,}42\sqrt{x}$ мг/дм^3 только в одном случае из двадцати (x — среднее арифметическое двух результатов).

11.1.2 Воспроизводимость

Расхождение двух единичных и независимых результатов, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превысить величину $1{,}41\sqrt{x}$ мг/дм^3 только в одном случае из двадцати (x — среднее арифметическое значение двух результатов).

11.2 Отклонение

Отклонение для процедуры, изложенной в этом методе, не может быть определено ввиду отсутствия соответствующего стандартного образца.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Перечень нормативных документов на методы испытаний, применяемых в настоящем стандарте

[1] АСТМ Д 1159—98 Метод определения бромного числа в нефтяных дистиллятах и товарных алифатических олефинах электрометрическим титрованием
[2] АСТМ Д 4057—95 Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов
[3] АСТМ Д 4177—95 Руководство по автоматическому отбору проб нефти и нефтепродуктов

УДК 662.753.1:006.354 ОКС 75.160.20 Б19 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: атомно-абсорбционная спектроскопия; бензин; марганец; метилциклопентадиенилтрикарбонил марганца; ММТ

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 08.08.2002. Подписано в печать 01.10.2002. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55.
Тираж 370 экз. С 7591. Зак. 802.

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», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru