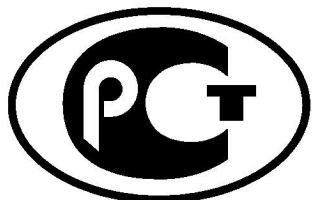

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
8.783—
2012

Государственная система обеспечения
единства измерений

БЕНЗИН АВТОМОБИЛЬНЫЙ

Прямой метод определения свинца, железа
и марганца

Москва

2014

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием Всероссийским научно-исследовательским институтом расходомерии (ФГУП ВНИИР)

2 ВНЕСЕН Управлением метрологии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 ноября 2012 г. № 876-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (gost.ru)

Государственная система обеспечения единства измерений

БЕНЗИН АВТОМОБИЛЬНЫЙ

Прямой метод определения свинца, железа и марганца

State system for ensuring the uniformity of measurements. Automobile gasoline.
Direct method of lead, iron and manganese determination

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения примесей свинца, железа и марганца в бензинах без пробоподготовки и без применения окислителей методом атомно-абсорбционной спектроскопии в диапазоне концентраций, мг/кг:

- от 0,01 до 3,0 включ. — для прямогонных бензинов;
- от 3,0 до 50,0 включ. — для автомобильных бензинов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 52659—2006 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб*

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—90) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 31873—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов 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 стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Проба испытуемого бензина из бюретки через капиллярный пульверизатор всасывается воздушным потоком в ресивер и в виде паровоздушной смеси сжигается в пламени атомно-абсорбционного спектрофотометра. Измеряют интенсивность поглощения при длинах волн измеряемых элементов и сравнивают с интенсивностью поглощения калибровочных растворов с известными концентрациями.

* Отменен. С 01.03.2014 г. пользоваться ГОСТ 31873—2012.

4 Аппаратура и материалы

4.1 Спектрофотометр атомно-абсорбционный ААС-5М с пределами допускаемой абсолютной погрешности 0,01 мг/кг.

4.2 «Нулевой бензин» — проба прямогонного бензина с нулевым содержанием измеряемых элементов в соответствии с паспортом предприятия-изготовителя.

4.3 Весы лабораторные модели НР-200, 210 г × 0,1 мг.

4.4 Цилиндр вместимостью 500 см³, 1000 см³ по ГОСТ 1170.

4.5 Бюкса вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336.

4.6 Колба вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770.

4.7 Пипетка (2 кл.) вместимостью 1, 10, 100 см³.

4.8 Многоэлементный металлоорганический стандарт Conostan 4000 ppm, содержащий железо, марганец и свинец.

4.9 Спектральные лампы с длинами волн:

- 279,5 нм — для марганца;

- 248,3 нм — для железа;

- 283,3 нм — для свинца.

5 Подготовка к испытаниям

5.1 Подготовка проб

5.1.1 Пробу бензина отбирают согласно ГОСТ 31873 и перемешивают. Для измерений берут пробу, не содержащую воду и механические примеси. При необходимости пробу следует отфильтровать через фильтровальную бумагу.

5.1.2 Определение концентрации элементов

5.1.2.1 При проведении испытаний при концентрации определяемого элемента выше 3,0 мг/кг, испытуемый образец следует разбавить «нулевым бензином» так, чтобы концентрация вошла в диапазон калибровки 0,01—3,0 мг/кг. При получении результата необходимо учитывать коэффициент разбавления.

5.1.3 Бюксу вместимостью 50 см³ наполняют испытуемой пробой бензина.

5.1.4 Бюксы вместимостью 50 см³ наполняют калибровочными растворами различных концентраций, последовательно по каждому определяемому элементу, приготовленными по приложению А.

5.2 Подготовка спектрофотометра к работе

5.2.1 В спектрофотометр на измеряемый элемент устанавливают лампу с полым катодом и оставляют аппаратуру включенной на время, необходимое для достижения стабильного режима.

5.2.2 Регулируют ток лампы, чувствительность и щель так, чтобы они соответствовали характеристикам аппаратуры. Работу атомно-абсорбционного спектрометра оптимизируют при соответствующей каждому элементу длине волны.

5.2.3 Атомизатор устанавливают на необходимом уровне и с помощью винтов находят такое положение, при котором луч спектральной лампы проходит на высоте 4—6 мм от нижней вогнутой части горелки, не касаясь ее.

5.2.4 Подают паровоздушную смесь на горелку атомизатора и зажигают пламя.

5.2.5 Резонансную линию измеряемого элемента устанавливают по максимальному показанию на дисплее прибора.

5.2.6 До начала измерений и после их окончания тщательно промывают тракт поступления пробы, сжигая «нулевой бензин».

6 Проведение испытаний

6.1 Определение содержания свинца

6.1.1 Сжигают пробу «нулевого бензина» для установления нуля прибора.

6.1.2 Сжигают калибровочные растворы, приготовленные по приложению А, проверяют линейность сигнала поглощения. Сжигают пробу испытуемого бензина по 5.1.1 и записывают полученные результаты. Если результаты выходят за пределы калибровки 0,01—3,0 мг/кг, испытуемый бензин следует разбавить «нулевым бензином» так, чтобы войти в данный диапазон. За результат измерения

калибровочного раствора и испытуемого бензина принимают максимальное значение из двух последовательных определений, с учетом коэффициента разбавления. Если концентрация искомого элемента отличается от калибровочных значений более чем $\pm 0,02$ мг/кг, проводят новую калибровку и последние две пробы повторно анализируют.

6.1.3 При сжигании проб капилляр опускают в бюкс с образцом и гайкой на распылителе, регулируют подачу паровоздушной смеси, добиваясь устойчивого голубовато-зеленоватого пламени.

6.2 Определение содержания железа

Определение содержания железа проводят аналогичным указанному в 6.1 образом.

6.3 Определение содержания марганца

Определение содержания марганца проводят аналогичным указанному в 6.1 образом.

7 Обработка результатов

7.1 Для каждого определяемого элемента строят график зависимости значений интенсивности поглощения от концентрации определяемого элемента в калибровочных растворах. Зная показания спектрофотометра, от оси ординат (полученные значения прибора) проводят перпендикуляр до пересечения с прямой, а из полученной точки опускают перпендикуляр вниз до пересечения с осью абсцисс. Получают точку, которая будет соответствовать концентрации свинца, железа или марганца в бензине.

7.2 В условиях повторяемости за результат измерения свинца, железа или марганца в бензине принимают максимальное значение из двух последовательных определений, полученных одним исполнителем на одной и той же аппаратуре и на одинаковом исследуемом материале (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними в диапазоне измерений не превысит значений, приведенных в таблице 1.

7.3 В условиях воспроизводимости за результат измерения свинца, железа или марганца в бензине принимают максимальное значение из двух последовательных определений, полученных разными исполнителями, работающих в разных лабораториях с использованием одного и того же исследуемого материала (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними в диапазоне измерений не превысит значений, приведенных в таблице 1.

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

В миллиграммах на килограмм

Массовая концентрация свинца, железа, марганца в пробе	Повторяемость r	Воспроизводимость R
От 0 до 1,0 включ.	0,015	0,04
Св. 1,0 до 3,0 включ.	0,09	0,19
Св. 3,0 до 50,0 включ.	0,65	1,35

Приложение А
(обязательное)

Приготовление калибровочных растворов

А.1 Калибровочные растворы готовят согласно таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1

Концентрация калибровочного раствора (ppm)	Необходимый основной раствор концентрацией 10 ppm (см ³)	Процедура приготовления калибровочных растворов
0,01 0,1 1,0 3,0	1 10 100 300	Для приготовления калибровочных растворов, пипетками вместимостью 5, 10, 15, 100 см ³ отбирают необходимое количество основного раствора (концентрацией 10 ppm), выливают его в мерную колбу вместимостью 1000 см ³ и прямогонным бензином доводят до метки — растворы хорошо перемешивают

Пример — Приготовление основного раствора концентрацией 10 ppm

Основной раствор готовят из многоэлементного металлоорганического стандарта Conostan 4000 ppm (далее — Conostan). На лабораторных весах взвешивают 1,25 г с точностью 0,1 мг Conostan в бюксе на 50 см³. Используя значение плотности «нулевого бензина», рассчитывают необходимый объем так, чтобы масса раствора составила 500 г.

Плотность «нулевого бензина» равна 0,720 г/см³. Так как масса раствора составит 500 г, а масса Conostan равна 1,25 г, то масса «нулевого бензина» равна 498,75 г, а это составляет $498,75/0,720 = 692,7$ см³. Отмеряют цилиндром вместимостью 1000 см³ вычисленное количество «нулевого бензина», тщательно несколько раз ополаскивают им бюксу со взвешенным Conostan, и вместе с оставшимся количеством бензина переносят в предварительно подготовленный сосуд из темного стекла вместимостью 1000 см³. Для вычисления массы Conostan пересчет делают следующим образом:

- Фактическая масса Conostan равна 1,2576 г. Так как в 1 г Conostan 4000 ppm содержится по 0,004 г Fe, Mn, Pb, то в 1,2576 г Conostan будет содержаться $1,2576 \cdot 0,004 = 0,0050$ г Fe, Mn, Pb. Так как раствор приготовлен на 500 г «нулевого бензина», то концентрация основного раствора на 1000 г составит $0,0050 \cdot 2 = 0,0100$ г. Следует учитывать, что при получении калибровочных растворов при разбавлении данного основного раствора будут получаться соответственно растворы с концентрацией 0,01006 мг/кг, 0,100608 мг/кг, 1,00608 мг/кг и 3,1824 мг/кг.

УДК 665.6:620.113:006.354

ОКС 17.020

T85

Ключевые слова: бензин прямогонный, бензин автомобильный, свинец, железо, марганец
