



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
33158—
202

(Проект RU,
первая редак-
ция)

БЕНЗИНЫ
Определение марганца
методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «ЛУКОЙЛ-Пермнефтеоргсинтез» (ООО «ЛУКОЙЛ-Пермнефтеоргсинтез»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 031 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии документа, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от № .)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркмения	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к стандарту ASTM D3831–22 «Стандартный метод определения марганца в бензине методом атомно-абсорбционной спектроскопии» («Standard test method for manganese in gasoline by atomic absorption spectroscopy», MOD) путем включения дополнительных положений, фраз, слов, ссылок, которые выделены в тексте курсивом, исключения нумерации примечаний, а также изменения его структуры.

Стандарт ASTM разработан подкомитетом D02.03 «Элементный анализ» Технического комитета ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

Сравнение структуры настоящего стандарта со структурой указанного стандарта ASTM приведено в дополнительном приложении ДА

5 ВЗАМЕН ГОСТ 33158–2014

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИНЫ

Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Gasolines. Determination of manganese by atomic absorption spectroscopy method

Дата введения – 20 – –

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего содержания марганца в бензинах, присутствующего в виде метилциклопентадиенилтрикарбонилла марганца (далее – ММТ) в диапазоне концентраций от 0,25 до 40,00 мг/дм³.

Примечание – Метод, установленный в настоящем стандарте, применим только для определения ММТ в бензинах в указанном диапазоне концентраций. Возможность применения настоящего стандарта для других продуктов и концентраций, отличных от указанных, не подтверждена.

1.2 Настоящий стандарт распространяется на реформулированный бензин, содержащий до 12 % об. включительно метил-*трет*-бутилового эфира (далее – МТБЭ) или до 10 % об. этанола.

Настоящий стандарт не распространяется на продукты глубокого крекинга, содержащие более 18 % об. олефинов, определяемых, например, по ГОСТ 31872.

1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья персонала, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 31872 Нефтепродукты жидкие. Определение группового углеводородного состава методом флуоресцентной индикаторной адсорбции*

ГОСТ 31873 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

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

4 Назначение и применение

Некоторые марганецорганические соединения при введении в бензин действуют как антидетонационные присадки. Настоящий стандарт позволяет определить концентрацию таких соединений в образце бензина.

5 Аппаратура

5.1 Атомно-абсорбционный спектрометр с возможностью расширения шкалы, оснащенный лампой с полым катодом для контроля абсорбции марганца при 279,5 нм, щелевой горелкой предварительного смешивания с вращающейся головкой и регулируемым распылителем.

*В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 52063–2003.

5.2 Флаконы вместимостью 40 см³ с крышками с полиэтиленовыми или ТФЭ-фторуглеродными прокладками или стеклянными пробками *или колбы мерные вместимостью 50 см³.*

5.3 Градуированная пипетка вместимостью 1 см³.

5.4 Микропипетка вместимостью 100 мкл.

5.5 Автоматическая пипетка или эквивалентная пипетка, обеспечивающая подачу пробы по 9,0 см³.

5.6 *Допускается использовать аппаратуру и средства измерения (СИ), отличные от указанных, с характеристиками не хуже установленных настоящим стандартом и обеспечивающие получение достоверных результатов определения.*

6 Реактивы

6.1 Чистота реактивов

Используют реактивы квалификации х. ч.

Примечание – Допускается использовать реактивы квалификации, отличной от указанной, при условии, что они не снижают точность определения.

6.2 Раствор брома

Смешивают бром с равным объемом циклогексана.

6.3 Стандартный раствор с концентрацией марганца 400 мг/дм³

Растворяют соответствующее количество марганецсодержащего органического соединения в метилизобутилкетоне для получения стандартного раствора с концентрацией марганца, равной 400 мг/дм³.

6.4 Стандартные растворы с концентрацией марганца 4,0; 10,0; 20,0 и 40,0 мг/дм³

Для получения необходимых стандартных растворов марганца меньшей концентрации разбавляют стандартный раствор с концентрацией марганца 400 мг/дм³ метилизобутилкетонem.

6.5 Марганецсодержащее органическое соединение в качестве стандарта

Используют готовые стандартные растворы марганецсодержащих органических соединений.

6.6 Метилизобутилкетон.

Примечание – Растворы ММТ в бензине химически нестабильны при воздействии света. С целью предотвращения получения недостоверных результатов испытания целесообразно исключить воздействие света на растворы.

6.7 Образцы контроля качества (образцы QC)

Представляют собой один или более образцов бензина, которые являются стабильными и представительными в отношении испытываемых проб.

7 Отбор проб

Отбор проб – по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873 непосредственно перед проведением анализа.

8 Градуировка

8.1 Приготовление рабочих стандартных растворов

Готовят четыре рабочих раствора, используя стандартные растворы с концентрацией марганца 4,0; 10,0; 20,0 и 40,0 мг/дм³ (см. 6.4).

8.1.1 Вводят 100 мкл раствора брома в четыре флакона (5.2), используя микропипетку (5.4).

8.1.2 Вводят по 1 см³ одного из четырех стандартных растворов марганца низкой концентрации (6.4) в четыре флакона (5.2), используя пипетку (5.3). Смешивают с раствором брома круговыми движениями.

8.1.3 Вводят по 9,0 см³ метилизобутилкетона в каждый флакон (5.2). Хорошо перемешивают. Полученный раствор десятикратного разбавления стандартных растворов марганца низкой концентрации (6.4) аналогичен конечному разбавлению образца.

8.2 Подготовка спектрометра

Проводят подготовку атомно-абсорбционного спектрометра в соответствии с рекомендациями изготовителя. Устанавливают рабочий режим для контроля абсорбции марганца при 279,5 нм с использованием ацетиленовоздушного пламени.

8.2.1 Вводят в пламя распылением метилизобутилкетон. Регулируют с помощью распылителя скорости потоков образца, ацетилена и воздуха для получения слабого несветящегося пламени.

8.2.2 Вместе с метилизобутилкетонам в качестве холостой пробы по очереди распыляют четыре рабочих стандартных раствора.

Примечания

1 Регистрируют интенсивность поглощения и проверяют на линейность. При нелинейности снова слегка регулируют скорости потоков образца и/или ацетилена и повторяют градуировку до достижения линейной зависимости. Вращением головки горелки, снижающим интенсивность поглощения, можно получить линейную зависимость.

2 Для охвата ожидаемого диапазона концентраций образцов можно использовать три рабочих стандартных раствора. Следует принимать во внимание требуемые диапазоны содержания марганца в топливе. Например, использование стандартного рабочего раствора с концентрацией марганца, равной 40,00 мг/дм³, может быть необязательным.

9 Проведение испытания

9.1 Вводят во флакон (5.2) 100 мкл раствора брома.

9.2 Добавляют 1,0 см³ образца бензина, хорошо перемешивают.

9.3 Добавляют 9,0 см³ метилизобутилкетона, хорошо перемешивают.

9.4 Вводят рабочие стандартные растворы, испытуемый образец в пламя и записывают интенсивность поглощения каждого.

Примечание – Интенсивности поглощения со временем могут меняться, поэтому сразу измеряют интенсивности поглощения рабочих растворов и проб.

10 Обработка результатов испытания

10.1 Предпочтительна количественная оценка непосредственно по показаниям концентрации на спектрометре. Можно оценить количество по графику линейной зависимости значений интенсивности поглощения для стандартных рабочих растворов от концентрации марганца. По графику определяют значение концентрации марганца, соответствующее интенсивности поглощения образца бензина. Регистрируют содержание марганца в бензине, округленное до 0,1 мг/дм³.

10.2 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух определений.

10.3 За отсутствие принимают концентрацию марганца менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (см. 1.1).

11 Контроль качества

11.1 Подтверждают качество выполнения процедуры испытания, анализируя образец QC (6.7).

11.2 Если в лаборатории уже разработаны протоколы обеспечения качества/контроля качества, их можно использовать для подтверждения надежности результатов испытаний.

11.3 Если протоколы обеспечения качества/контроля качества отсутствуют, можно использовать рекомендации, изложенные в приложении X1.

12 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода испытания установлена по результатам статистического анализа межлабораторных испытаний 11 образцов автомобильного бензина и охватывает содержание марганца в диапазоне концентраций от 0,25 до 40,00 мг/дм³.

12.1 Повторяемость r

Расхождение между результатами двух определений, полученными на идентичном испытуемом материале одним оператором с использованием одного и того же оборудования при нормальном и правильном выполнении метода может превышать значение r только в одном случае из двадцати

$$r = 0,3308\sqrt{(x + 0,1062)}, \quad (1)$$

где x – среднее арифметическое значение результатов двух определений, мг/дм³.

12.2 Воспроизводимость R

Расхождение между результатами двух определений, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода может превышать значение R только в одном случае из двадцати

$$R = 1,650\sqrt{(x + 0,1062)}, \quad (2)$$

где x – среднее арифметическое значение результатов двух определений, мг/дм³

Приложение X1
(справочное)
Контроль качества

X1.1 Следует подтверждать правильность работы аппаратуры и параметры процедуры испытаний, анализируя образец QC.

X1.2 Перед проведением испытаний следует определить средние и предельные значения для образца контроля качества.

X1.3 Регистрируют результаты контроля качества и анализируют с помощью контрольных карт или других эквивалентных статистических методов для подтверждения статистической прослеживаемости параметров процедуры испытаний. При появлении значений, выходящих за установленные пределы, следует выявить их причину. По результатам такого исследования возможна повторная градуировка прибора.

X1.4 При отсутствии однозначных требований метода периодичность испытаний образца QC зависит от значимости контролируемого процесса, подтвержденной стабильности его параметров и требований заказчика. При проведении обычных испытаний образец QC проверяют ежедневно. Частоту проверки образца QC увеличивают при постоянном проведении испытаний большого количества образцов. Если доказано, что параметры процедуры испытания и оборудования находятся под статистическим контролем, интервал между проверками можно увеличить. Следует периодически проверять прецизионность метода испытаний с использованием образцов для контроля качества, чтобы гарантировать достоверность полученных результатов.

X1.5 Рекомендуется, чтобы образец QC был представительным для обычно испытываемых образцов. В течение всего предполагаемого периода использования образцов QC следует обеспечить их постоянную доступность. Материал для образцов QC должен быть стабильным в предлагаемых условиях хранения.

Приложение ДА

(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного
в нем стандарта ASTM

Таблица ДА.1

Структура настоящего стандарта			Структура стандарта ASTM D3831–22		
Раздел	Подраздел	Пункт	Раздел	Подраздел	Пункт
1	–	–	1	1.3	–
	–	–		1.4	–
	1.3	–		1.5	–
	–	–		1.6	–
–			3		
11	–	–	12	12.4	–
12	12.1	–	13	–	13.1.1
	12.2	–		–	13.1.2
	–	–		–	13.2
Приложение X1	–	–	Приложение X1	X1.6	–
Приложение ДА			–		
Примечание – Разделы 2–10 в таблице не приведены, поскольку их структуры в настоящем стандарте и в примененном стандарте ASTM идентичны.					

УДК 665.733:546.711:543.421:006.354

МКС 75.160.20

Ключевые слова: бензины, определение марганца, атомно-абсорбционная спектроскопия

Заместитель председателя МTK 031



В.П. Коваленко

Ответственный секретарь МTK 031



Л.О. Перегородиева