
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
51925—
2011

БЕНЗИНЫ

**Определение марганца методом
атомно-абсорбционной спектроскопии**

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2011 г. № 652-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту ASTM D 3831—01(2006) «Стандартный метод определения марганца в бензине методом атомно-абсорбционной спектроскопии» («Standard test method for manganese in gasoline by atomic absorption spectroscopy», MOD).

При этом потребности национальной экономики Российской Федерации учтены в дополнительных пунктах 8.1.4 и 9.5, которые выделены путем заключения их в рамки из тонких линий, а информация с объяснением причин включения этих положений приведена в указанных пунктах в виде примечаний.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов ASTM соответствующие им национальные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

(Измененная редакция, Изм. № 1)

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р 51925—2002

6 ИЗДАНИЕ (октябрь 2019 г.) с Изменением № 1 (ИУС 11—2016)

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2012, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Сущность метода	2
4 Значение и применение	2
5 Аппаратура	2
6 Реактивы	2
7 Отбор проб	3
8 Калибровка	3
9 Проведение испытания	4
10 Обработка результатов	4
11 Контроль качества	4
12 Прецизионность и отклонение	4
Приложение А (справочное) Контроль качества	6
Библиография	7

(Измененная редакция, Изм. № 1)

БЕНЗИНЫ

Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Gasolines. Determination of manganese by method of atomic absorption spectroscopy

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на бензины и устанавливает метод определения общего содержания марганца, присутствующего в виде метилциклопентадиенилтрикарбонил марганца (ММТ) в диапазоне концентраций от 0,25 до 40 мг Мп/дм³, атомно-абсорбционной спектрометрией.

1.2 Настоящий метод используют для реформулированного бензина, содержащего до 12 % об. включительно метил-трет-бутилового эфира (МТБЭ) или до 10 % об. этанола.

Этот метод не может использоваться для продуктов глубокого крекинга, содержащих более 18 % об. олефинов, определяемых по методу ГОСТ 31872 (для недепентанизированных олефинов).

1.3 Настоящий 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 Значения, установленные в единицах СИ, являются стандартными.

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

Требования предосторожности изложены в разделах 5 и 6.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие 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

ГОСТ Р 52659 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

Примечание — 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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение

рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

3 Сущность метода

3.1 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 марганцевого органического соединения.

4 Значение и применение

4.1 Некоторые марганцеорганические соединения при введении в бензин действуют как антидетонационные присадки. Настоящий метод испытания позволяет определить концентрацию таких соединений в образце бензина.

5 Аппаратура

5.1 Абсорбционный атомный спектрометр с возможностью расширения шкалы, оснащенный трубкой с полым катодом для контроля абсорбции марганца при 279,5 нм, щелевой горелкой предварительного смешивания с вращающейся головкой и регулируемым распылителем (**Предупреждение** — Опасен для здоровья. Потенциально токсичен и взрывоопасен. По вопросам безопасности следует обращаться к инструкциям изготовителя прибора).

5.2 Стеклоаналитические ампулы вместимостью 40 см³ с навинчивающимся колпачком с полиэтиленовой облицовкой или тетрафторэтилен-фторуглеродной облицовкой или стеклянными пробками.

5.3 Градуированная пипетка вместимостью 1 см³.

5.4 Микропипетка вместимостью 100 мкл типа Эппендорфа или аналогичная.

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

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. Можно использовать другие реактивы достаточно высокой степени чистоты, не снижающие точность определения.

6.2 Раствор брома

Бром, х. ч., смешивают с равным объемом циклогексана (**Предупреждение** — При контакте с кожей бром может вызывать сильные и болезненные ожоги. Вместе с другими мерами безопасности при приготовлении раствора брома необходимо надевать защитные перчатки. Приготовление, хранение и использование брома следует проводить в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу).

6.3 Стандартный раствор с концентрацией марганца 400 мг/дм³

Растворяют соответствующее количество марганцесодержащего 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

Разбавляют стандартный раствор с концентрацией марганца 400 мг/дм³ метилизобутилкетонем, используя мерную химическую стеклянную посуду, для получения необходимых стандартных растворов марганца меньшей концентрации.

6.5 Марганецсодержащее органическое соединение в качестве стандарта

Было установлено, что пригодны предварительно приготовленные доступные исходные растворы марганецсодержащих органических соединений.

6.6 Метилизобутилкетон, х. ч. (**Предупреждение** — Метилизобутилкетон воспламеняем, пары вредны для здоровья). (**Предупреждение** — Растворы ММТ в бензине химически нестабильны, если подвергаются воздействию света. Если образец бензина подвергается воздействию света до стабилизации во время анализа, могут быть получены неточные результаты).

6.7 Образцы контроля качества (образцы QC)

Предпочтительны порции одного или более продуктов на основе бензинов, которые являются стабильными и представительными образцами в отношении испытываемых образцов.

6.8 Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный по ГОСТ Р 55878.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

7 Отбор проб

7.1 Пробы бензина отбирают в соответствии с ГОСТ 2517, ГОСТ 31873 или ГОСТ Р 52659 и как можно скорее проводят анализ.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

8 Калибровка

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 Мп/дм³, полученные по 6.4.

8.1.1 Используя микропипетку, вводят 100 мкл раствора брома в каждую из четырех стеклянных ампул.

8.1.2 Вводят пипеткой по 1 см³ четыре стандартных раствора марганца низкой концентрации в четыре стеклянные ампулы. Смешивают с раствором брома круговыми движениями.

8.1.3 Вводят 9,0 см³ метилизобутилкетона в каждую ампулу. Хорошо перемешивают. Этот раствор десятикратного разбавления стандартных растворов марганца низкой концентрации аналогичен конечному разбавлению пробы.

8.1.4 Если при испытании бензинов с присадками образуется осадок, калибровку проводят с добавлением 1 см³ этилового спирта в каждую стеклянную ампулу с рабочими растворами после смешения их с бромом, при этом количество метилизобутилкетона, вводимого в каждую ампулу, будет равно 8 см³.

Примечание — Процедура добавления этилового спирта необходима для растворения осадка.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

8.2 Подготовка прибора

Устанавливают рабочий режим атомного абсорбционного спектрометра в условиях, рекомендованных изготовителем для контроля абсорбции марганца при 279,5 нм с использованием воздушно-ацетиленового пламени. Настоящий метод испытания предполагает точное выполнение рабочих процедур. Различия в конструкции спектрометров делают это невозможным при точно установленной процедуре настройки прибора.

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

8.2.2 Вместе с метилизобутилкетона в качестве холостого опыта по очереди распыляют четыре рабочих стандартных раствора.

Примечание 1 — Записывают интенсивность поглощения и проверяют эти данные на линейность. В случае нелинейности снова слегка регулируют скорости потоков образца или ацетилена, или и того и другого и повторяют калибровку до достижения линейной зависимости. Вращение горелки для уменьшения интенсивности поглощения может привести к достижению линейности.

Примечание 2 — Могут быть использованы три рабочих стандарта, чтобы охватить ожидаемый диапазон концентраций образцов. Следует принимать во внимание требуемые диапазоны содержания марганца в топливе. Например, использование стандартного рабочего раствора с высокой концентрацией марганца, равной 40 мг/дм^3 , может быть необязательным.

9 Проведение испытания

9.1 В ампулу вводят 100 мкл раствора брома.

9.2 Добавляют $1,0 \text{ см}^3$ образца бензина. Хорошо перемешивают.

9.3 Добавляют $9,0 \text{ см}^3$ метилизобутилкетона. Хорошо перемешивают.

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

Примечание 3 — Измеряют интенсивности поглощения рабочих растворов и проб сразу же, так как интенсивности поглощения могут со временем меняться.

9.5 Если при испытании бензинов с присадками образуется осадок, к образцу испытуемого бензина добавляют 100 мкл брома, 1 см^3 этилового спирта и 8 см^3 метилизобутилкетона (см. примечание к 8.1.4).

(Измененная редакция, Изм. № 1)

10 Обработка результатов

10.1 Предпочтительным видом количественной оценки является прямое показание концентрации, получаемое прибором. Другим способом количественной оценки является график зависимости значения интенсивности поглощения для стандартных рабочих растворов от концентрации марганца, которая выражена прямой линией, проходящей через точки. По графику считывают значение концентрации марганца, соответствующее интенсивности поглощения образца бензина. Записывают содержание марганца в бензине с точностью до $0,1 \text{ мг/дм}^3$.

11 Контроль качества

11.1 Анализируя образец QC, являющийся стабильным и представительным относительно испытуемого образца, подтверждают качество выполнения испытания.

11.2 Когда протоколы контроля качества/протоколы гарантии качества уже утверждены для установленных условий испытаний, эти протоколы могут применяться для подтверждения надежности результатов испытания.

11.3 Когда протоколы контроля качества/протоколы гарантии качества, утвержденные для установленных условий испытаний, отсутствуют, для подтверждения надежности результатов испытания следует использовать приложение А.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

12 Прецизионность и отклонение

12.1 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода определена статистическим анализом результатов межлабораторных испытаний 11 образцов автомобильного бензина и охватывает содержание марганца в диапазоне концентраций от $0,25$ до 40 мг/дм^3 .

12.1.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение между результатами двух последовательных испытаний, полученными 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 превышать значение, полученное по формуле (1), только в одном случае из двадцати

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

где x — среднееарифметическое значение двух результатов.

12.1.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значение, полученное по формуле (2), только в одном случае из двадцати

$$1650\sqrt{(x + 0,1062)}, \quad (2)$$

где x — среднеарифметическое значение двух результатов.

12.2 Отклонение

Отклонение для процедуры настоящего метода не может быть определено из-за отсутствия соответствующего стандартного образца.

Приложение А
(справочное)**Контроль качества**

А.1 Анализируя образец QC, по возможности типичный для анализируемых образцов продукта, подтверждают эксплуатационные качества прибора или выполнение процедуры испытания.

А.2 Перед проведением измерения пользователь настоящего метода должен определить среднее значение и контрольные пределы образца QC. При этом используют стандарты [1]—[3].

А.3 Для установления состояния статистического контроля всего процесса испытания ([1]—[3]) регистрируют результаты по контролю качества (QC) и анализируют их с помощью контрольных карт или другой равноценной статистической процедуры. Причины появления любых выпадающих данных должны быть исследованы. Результаты исследования могут, но необязательно, указать на необходимость повторной калибровки прибора.

А.4 Если нет конкретных требований в стандарте на метод испытания, частота проведения испытания QC определяется значимостью качества проводимого измерения, а также стабильностью процесса испытания и требованиями потребителя. Обычно контрольный образец QC следует анализировать перед каждым ежедневным испытанием образцов. Частоту испытаний QC следует увеличить, если постоянно анализируется большое количество образцов. Однако если наглядно видно, что испытание находится под статистическим контролем, можно уменьшить частоту испытания QC. Прецизионность по контрольному образцу QC должна периодически проверяться по показаниям точности метода, чтобы убедиться в качестве получаемых данных ([3]).

А.5 Рекомендуется по возможности выбирать представительный тип контрольного образца по отношению к обычно анализируемым образцам. На период проведения испытаний QC контрольные образцы должны быть в достаточном количестве и в условиях хранения должны сохранять однородность и стабильность.

А.6 Относительно дополнительных процедур по QC и работы с контрольными диаграммами необходимо обращаться к [1]—[3].

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Библиография

- [1] ASTM MNL 7 Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis. 6th Ed., Section 3, Control Chart for individuals, available from ASTM Headquarters
- [2] ASTM D 6299 Standard practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance
- [3] ASTM D 6300 Standard practice for determination of precision and bias data for use in test methods for petroleum products and lubricants

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Ключевые слова: бензины, марганец, метилциклопентадиенилтрикарбонил марганца (ММТ), метод атомно-абсорбционной спектроскопии

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 08.10.2019. Подписано в печать 30.10.2019. Формат 60 × 84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Предисловие. Пункт 4 изложить в новой редакции:

«4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту ASTM D 3831-01 (2006) «Стандартный метод определения марганца в бензине методом атомно-абсорбционной спектроскопии» («Standard test method for manganese gasolines by atomic absorption spectroscopy», MOD).

При этом потребности национальной экономики Российской Федерации учтены в дополнительных пунктах 8.1.4 и 9.5, которые выделены путем заключения их в рамки из тонких линий, а информация с объяснением причин включения этих положений приведена в указанных пунктах в виде примечаний.

Содержание. Заменить слова: «Приложение X1» на «Приложение А»;

исключить слова: «Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов ASTM ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)».

Пункт 1.2. Второй абзац. Заменить слова: «по методу ASTM Д 1319» на «по ГОСТ 31872».

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2517—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 31872—2012 Нефтепродукты жидкие. Определение группового углеводородного состава методом флуоресцентной индикаторной адсорбции

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

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

ГОСТ Р 55878—2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Раздел 6 дополнить пунктом 6.8:

«6.8 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный по ГОСТ Р 55878».

Пункт 7.1. Заменить слова: «ASTM Д 4177 и ASTM Д 4057» на «ГОСТ 2517, ГОСТ 31873 или ГОСТ Р 52659».

Раздел 8. Дополнить пунктом 8.1.4 и примечанием:

«8.1.4 Если при испытании бензинов с присадками образуется осадок, калибровку проводят с добавлением 1 см³ этилового спирта в каждую стеклянную ампулу с рабочими растворами после смешения их с бромом, при этом количество метилизобутилкетона, вводимого в каждую ампулу, будет равно 8 см³.

П р и м е ч а н и е — Процедура добавления этилового спирта необходима для растворения осадка».

Раздел 9. Дополнить пунктом 9.5:

«9.5 Если при испытании бензинов с присадками образуется осадок, к образцу испытуемого бензина добавляют 100 мкл брома, 1 см³ этилового спирта и 8 см³ метилизобутилкетона (см. примечание к 8.1.4)».

Пункт 11.3. Заменить слова: «приложение X1» на «приложение А».

Приложение X1. Заменить обозначение: X1 на А;

пункт X1.2. Заменить слова: «стандарты АСТМ Д 6299, АСТМ Д 6300 и [1]» на «[1] — [3]»;

пункт X1.3. Заменить слова: «(АСТМ Д 6299, АСТМ Д 6300 и [1])» на «([1] — [3])»;

пункт X1.4. Заменить слова: «(АСТМ Д 6300)» на «([3])»;

пункт X1.6. Заменить слова: «стандартам АСТМ Д 6299, АСТМ Д 6300 и [1]» на «[1] — [3]»;

заменить нумерацию пунктов: X1.1 на А.1; X1.2 на А.2; X1.3 на А.3; X1.4 на А.4; X1.5 на А.5; X.1.6 на А.6.

Приложение ДА исключить.

Элемент «Библиография» дополнить позициями: [2], [3]:

«[2] ASTM D 6299 Standard practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance

[3] ASTM D 6300 Standard practice for determination of precision and bias data for use in test methods for petroleum products and lubricants».

(ИУС № 11 2016 г.)