



**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ**



**НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ**

**ГОСТ Р
52530-2006**

**БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ
ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА**



**Москва
Стандартинформ
2007**

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации - ГОСТ Р 1.0-2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым Акционерным Обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 марта 2006 г. № 27-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2007 г.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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



ГОСТ Р 52530-2006

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ****Фотоколориметрический метод определения железа**

Automotive gasolines.

Photocolorimetric method of iron determination

Дата введения - 2007-01-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на автомобильные бензины, содержащие присадки (добавки) ферроценового типа, и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой концентрации железа в диапазоне от 0,01 до 0,10 г/дм³.

В зависимости от типа присадок предусмотрены следующие способы проведения испытаний:

А - определение массовой концентрации железа в бензине, содержащем ферроценовую присадку и не содержащем добавок аминного типа (АДА, N-ММА, экстралин и др.);

Б - определение массовой концентрации железа в бензине, содержащем добавку типа Феррада МАФ-К (ферроцены, N-ММА);

В - определение массовой концентрации железа в бензине, содержащем добавку МАФ-А (ферроцены, N-ММА, МТБЭ).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована ссылка на следующий стандарт:

ГОСТ 4517-87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочного стандарта 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 документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстрагировании из бензина и минерализации железосодержащей присадки смесью серной кислоты и пероксида водорода и последующем фотоколориметрическом определении железа в виде комплекса с сульфосалициловой кислотой.

4 Аппаратура, реактивы, материалы

4.1 Спектрофотометр типа СФ или фотоколориметр типов КФК-2МП, ФЭК-М или другой с пределами измерения светопропускания от 100 % до 5 % (от 0 до 2 по шкале оптической плотности), с абсолютной погрешностью не более 1 % и ценой деления по шкале пропускания 0,5 %, обеспечивающий измерение оптической плотности в области (420 ± 20) нм.

4.2 Весы аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 мг, с пределом допускаемой погрешности не более ± 0,2 мг.

4.3 Электроплитка или песчаная баня.



- 4.4 Колбы конические КН-1-100-18.
4.5 Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см³.
4.6 Пипетки 1-2-2-1, 1-2-2-5, 1-2-2-10.
4.7 Цилиндры мерные 2-25, 2-50 или 3-25, 3-50.
4.8 Кюветы для фотоколориметра с рабочей длиной стенки 30 мм.
4.9 Воронка типа ВД-1-100 ХС.
4.10 Стакан В-1-100 ТС или Н-1-100.
4.11 Кислота щавелевая, х.ч. или ч.д.а.
4.12 Натрий хлористый, х.ч.
4.13 Спирт этиловый ректифицированный технический.
4.14 Вода дистиллированная, рН 5,4 ÷ 6,6.
4.15 Калий двухромовокислый.
4.16 Кислота серная плотностью 1,84 г/см³, х.ч.
4.17 Смесь хромовая (раствор калия двухромовокислого с массовой долей 5 % в серной кислоте плотностью 1,84 г/см³), приготовленная по ГОСТ 4517.
4.18 Раствор серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ в дистиллированной воде в соотношении 1 : 4 (по объему).
4.19 Кислота соляная, х.ч.
4.20 Кислота азотная, х.ч.
4.21 Кислота сульфосалициловая, х.ч., 10 %-ный раствор.
4.22 Пероксид водорода, х.ч., 30 %-ный раствор.
4.23 Аммиак водный, х.ч.
4.24 Железо особой чистоты, или квасцы железоаммонийные, х.ч., или соль Мора, ч.д.а.
4.25 Бумажные фильтры «синяя лента».
4.26 Набор гирь.
4.27 Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до температуры (105 ± 5) °С.
Допускается применение аналогичных средств измерения, реактивов и аппаратуры по классу точности и чистоте не ниже предусмотренных стандартом.

5 Подготовка к испытанию

5.1 Стеклянную лабораторную посуду, используемую для испытаний, обрабатывают хромовой смесью, промывают горячей водопроводной водой, дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу.

5.2 Спектрофотометр типа СФ или фотоэлектроколориметр подготавливают согласно инструкции по эксплуатации и устанавливают длину световой волны в области (420 ± 20) нм, отвечающую максимуму светопоглощения для исследуемых растворов.

5.3 Кюветы для фотоколориметра или спектрофотометра с рабочей длиной стенки 30 мм промывают дистиллированной водой, затем этиловым спиртом и сушат на воздухе. Заполняют кюветы дистиллированной водой и измеряют оптическую плотность относительно воздуха.

Две кюветы считают пригодными для работы в паре, если разность измеряемых значений оптической плотности не превышает 0,02. Для последующих измерений кюветы промывают дистиллированной водой, затем этиловым спиртом или ополаскивают изнутри исследуемым раствором.

5.4 Приготовление растворов железа

5.4.1 Приготовление раствора А

В стакан вместимостью 100 см³ помещают (0,1 ± 0,0001) г железа (4.24) и 20 см³ раствора серной кислоты (4.18). При небольшом подогреве на электроплитке растворяют железо в растворе кислоты, приливают 5 см³ соляной кислоты, затем 3 - 5 см³ азотной кислоты и охлаждают до комнатной температуры.



Стандартный раствор железа количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

В 1 см³ полученного раствора А содержится 0,1 мг железа.

5.4.2 Приготовление раствора А из солей железа

0,8640 г железоаммонийных квасцов или 0,7021 г свежеперекристаллизованной соли Мора (в пересчете на 100 %-ный реактив) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в дистиллированной воде. Затем раствор подкисляют 5 см³ концентрированной серной кислоты, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. В 1 см³ полученного раствора А содержится 0,1 мг железа.

5.4.3 Приготовление раствора Б

10 см³ раствора А, приготовленного по 5.4.1, 5.4.2, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. В 1 см³ раствора Б содержится 0,01 мг железа.

Раствор Б готовят непосредственно перед проведением градуировки спектрофотометра или фотоколориметра.

5.5 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 15,0; 20,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,08; 0,10; 0,15; 0,20 мг железа.

В каждую колбу приливают по 10 см³ 10 %-ного раствора сульфосалициловой кислоты, затем раствор концентрированного аммиака до получения устойчивой желтой окраски, после чего добавляют небольшой избыток аммиака (1 - 2 см³), доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Ждут окончания выделения пузырьков газа.

На фотоколориметре в кюветах с рабочей длиной стенки 30 мм при длине световой волны в области (420 ± 20) нм измеряют оптическую плотность приготовленных градуировочных растворов. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

За значение оптической плотности раствора принимают среднеарифметическое двух последовательных измерений, расхождение между которыми не должно превышать значение, указанное в таблице 1

Таблица 1 - Допускаемые расхождения значений оптической плотности, полученных в условиях двух последовательных измерений

Интервал значений оптической плотности	Допускаемое расхождение значений оптической плотности
0 - 0,1	0,003
0,1 - 0,2	0,01
0,2 - 0,4	0,02
0,4 - 0,6	0,04
0,6 - 0,8	0,06
0,8 - 1,0	0,08

На основании полученных результатов строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения массовой концентрации железа в растворах в мг, а на оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности.

5.6 Приготовление экстрагирующего раствора (экстрагента)

Экстрагирующий раствор (экстрагент) содержит в 1 дм³ 3 моля серной кислоты и 1 моль пероксида водорода.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают приблизительно 50 см³ дистиллированной воды, прибавляют 17 см³ серной кислоты (плотность 1,84 г /см³), охлаждают до комнатной температуры, добавляют 11,5 см³ 30 %-ного пероксида водорода, перемешивают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.



Экстрагирующий раствор сохраняет свои свойства в течение 1 недели со дня приготовления.

6 Проведение испытаний

6.1 Способ А

6.1.1 20 см³ образца исследуемого бензина профильтровывают через бумажный фильтр «синяя лента». В коническую колбу вместимостью 100 см³ наливают из мерного цилиндра 10 см³ экстрагента и пипеткой, в соответствии с таблицей 2, вносят профильтрованный образец бензина.

Т а б л и ц а 2 - Объем пробы бензина, используемый для испытания

Предполагаемая массовая концентрация железа, г/дм ³	Объем образца бензина, см ³
До 0,015	4,0
От 0,015 до 0,025	2,0
От 0,025 до 0,060	1,0
Св. 0,060	0,5

6.1.2 Осторожно нагревают колбу на электроплитке или песчаной бане, перемешивают жидкость легким встряхиванием, не допуская бурного вскипания и разбрызгивания. Периодически подливают небольшие порции дистиллированной воды (2 - 3 см³), поддерживая слабое кипение. Добиваются полного удаления бензинового слоя (10 - 15 мин). При этом железо переходит в нижний слой - экстракт.

6.1.3 Экстракт охлаждают и переносят количественно из конической в мерную колбу вместимостью 50 см³. Прибавляют 10 см³ 10 %-ного раствора сульфосалициловой кислоты и затем, не допуская перегрева, порциями по 2 - 3 см³, концентрированный раствор аммиака до получения устойчивой желтой окраски, после чего добавляют небольшой избыток аммиака (1 - 2 см³) и охлаждают раствор до комнатной температуры, давая выход пузырькам газа. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают и выдерживают 10 - 15 мин.

6.1.4 Определяют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре типа СФ или на фотоколориметре при длине световой волны в области (420 ± 20) нм в кюветках с рабочей длиной стенки 30 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду.

6.2 Способ Б

25 см³ исследуемого бензина помещают в делительную воронку и промывают 5 - 6 раз порциями по 25 см³ 1 %-ной щавелевой кислоты, затем 1 раз дистиллированной водой. Продолжительность каждой промывки 2 - 3 мин.

В коническую колбу вместимостью 100 см³ наливают из мерного цилиндра 10 см³ экстрагента (5.6) и пипеткой, в соответствии с таблицей 2, вносят образец промытого бензина.

Далее испытание проводят по 6.1.2 - 6.1.4.

6.3 Способ В

25 см³ исследуемого бензина заливают в делительную воронку и промывают 5 - 6 раз порциями по 25 см³ насыщенного раствора NaCl, содержащего 1 % (по массе) щавелевой кислоты, затем 1 раз дистиллированной водой. Продолжительность каждой промывки 2 - 3 мин.

В коническую колбу вместимостью 100 см³ наливают из мерного цилиндра 10 см³ экстрагента и пипеткой, в соответствии с таблицей 2, вносят пробу промытого бензина.

Далее испытание проводят по 6.1.2 - 6.1.4.

7 Обработка результатов испытаний

7.1 Рассчитывают массовую концентрацию железа в бензине С, мг/см³, по формуле



$$C = \frac{m}{V}$$

где m - масса железа в колориметрируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мг;

V - объем пробы бензина, взятый для анализа, см³.

Записывают результат, выраженный в мг/дм³.

За результат испытаний принимают среднеарифметическое двух последовательных измерений (двух единичных результатов).

За отсутствие принимается концентрация железа менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (1.1).

(Поправка).

8 Прецизионность метода

8.1 повторяемость (сходимость): Степень близости друг к другу независимых результатов испытаний, полученных одним и тем же методом на идентичном материале в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования в пределах короткого промежутка времени.

Предел повторяемости (сходимости) r .

Абсолютное значение разности двух единичных результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости с доверительной вероятностью 95 %, составляет 0,003 г/дм³.

8.2 воспроизводимость: Степень близости друг к другу независимых результатов испытаний, полученных одним и тем же методом на идентичном материале в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования.

Предел воспроизводимости R .

Абсолютное значение разности двух результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости с доверительной вероятностью 95 %, составляет 0,005 г/дм³.

Ключевые слова: автомобильные бензины, железо, метод определения, фотоколориметр, спектрофотометр, ферроценовые присадки, стандартный раствор, экстрагирующий раствор

СОДЕРЖАНИЕ

- 1 Область применения
- 2 Нормативные ссылки
- 3 Сущность метода
- 4 Аппаратура, реактивы, материалы
- 5 Подготовка к испытанию
- 6 Проведение испытаний
- 7 Обработка результатов испытаний
- 8 Прецизионность метода