

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
33158—
2023

БЕНЗИНЫ

Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

Предисловие

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 ПОДГОТОВЛЕН 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 стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 декабря 2023 г. № 168-П)

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
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 января 2024 г. № 26-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33158—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 3 февраля 2025 г. с правом досрочного применения

5 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).

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

6 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»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024



В Российской Федерации 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

III

Поправка к ГОСТ 33158—2023 Бензины. Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 10 2024 г.)

БЕНЗИНЫ**Определение марганца методом атомно-абсорбционной спектроскопии**

Gasolines.

Determination of manganese by atomic absorption spectroscopy method

Дата введения — 2025—02—03
с правом досрочного применения**1 Область применения**

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

Примечание — Метод применим только для определения ММТ в бензинах в указанном диапазоне концентраций. Возможность применения настоящего стандарта для определения концентраций других соединений марганца в бензинах, 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. включительно этанола.

Примечание — Настоящий стандарт может быть также использован для определения концентрации марганца в бензине, содержащем до 15 % об. МТБЭ или до 5 % об. этанола, однако показатели прецизионности, установленные в разделе 12, в таком случае могут быть не применимы.

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

* В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 52063—2023.

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 при длине волны 279,5 нм излучения лампы с полым катодом с использованием ацетилено-воздушного пламени и градуировочных 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 поглощения атомами марганца излучения при длине волны 279,5 нм, щелевой горелкой предварительного смешения газов и аэрозоля образца с вращающейся головкой и регулируемым распылителем.

5.2 Флаконы вместимостью 40 см³ с крышками, имеющими полиэтиленовые или тефлоновые прокладки, или стеклянными пробками, или колбы мерные вместимостью 50 см³.

5.3 Градуированная пипетка вместимостью 1 см³.

5.4 Микропипетка или градуированная пипетка вместимостью 100 мм³.

5.5 Автоматическая пипетка или градуированная пипетка, обеспечивающая подачу содержимого 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.

Примечание — Бром может оказывать влияние на здоровье человека. Вместе с другими мерами безопасности при приготовлении раствора брома необходимо использовать защитные перчатки. Приготовление, хранение брома, а также работу с ним следует проводить в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу.

6.3 Рабочий раствор с концентрацией марганца 400 мг/дм³

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

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

Для получения необходимых рабочих растворов марганца меньшей концентрации разбавляют рабочий раствор с концентрацией марганца 400 мг/дм³ метилизобутилкетон.

6.5 Марганецсодержащее органическое соединение в качестве стандарта

Используют готовые стандартные растворы марганецсодержащих органических соединений.

6.6 Метилизобутилкетон.

Примечания

1 Метилизобутилкетон воспламеняем, пары могут оказывать влияние на здоровье человека.

2 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 для 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.

8 Градуировка

8.1 Приготовление градуировочных растворов

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

8.1.1 Вводят 100 мм³ раствора брома в четыре флакона (5.2), используя микропипетку (5.4).

8.1.2 Вводят по 1 см³ одного из четырех рабочих растворов марганца (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. Степень разбавления рабочих растворов марганца (6.4), равная 10, соответствует степени разбавления анализируемого образца.

8.2 Подготовка спектрометра

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

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

8.2.2 Поочередно распыляют в пламя градуировочные растворы. В качестве холостой пробы используют метилизобутилкетон.

Примечания

1 Регистрируют интенсивность поглощения и проверяют линейность ее зависимости от концентрации марганца. При нелинейности проводят повторную регулировку скорости потоков образца, ацетилена и воздуха, повторяют градуировку до получения линейной зависимости. Получение линейного характера градуировочной зависимости может быть достигнуто при уменьшении интенсивности поглощения путем поворота головки горелки.

2 Для определения концентрации марганца в образце можно использовать три рабочих и три градуировочных раствора. Следует принимать во внимание требуемые диапазоны содержания марганца в топливе. Например, использование рабочего раствора с концентрацией марганца, равной 40,00 мг/дм³, может быть необязательным.

9 Проведение испытания

9.1 Вводят во флакон (5.2) 100 мм³ раствора брома.

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

9.3 Добавляют 9,0 см³ метилизобутилкетона, хорошо перемешивают.

9.4 Распыляют в пламя градуировочные растворы и испытуемый образец. Регистрируют интенсивность поглощения каждого.

Примечание — Интенсивность поглощения со временем может меняться, поэтому соответствующие значения для градуировочных растворов и анализируемых образцов измеряют в максимально близкие промежутки времени.

10 Обработка результатов испытания

10.1 Предпочтительным способом определения концентрации марганца является регистрация соответствующих значений, отображаемых в программе обработки данных на спектрометре. Альтернативным способом определения концентрации марганца является построение градуировочной зависимости значений абсорбции, регистрируемых при распылении градуировочных растворов, от концентрации в них марганца с ее аппроксимацией линейным градуировочным графиком. По графику определяют значение концентрации марганца в анализируемом образце. Регистрируют значение концентрации марганца в бензине, округленное до 0,01 мг/дм³.

10.2 *За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух определенных концентрации марганца.*

10.3 *За отсутствие марганца в бензине 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 их с использованием контрольных карт или других эквивалентных статистических методов для подтверждения статистической прослеживаемости параметров процедуры испытаний. При появлении значений, выходящий за установленные пределы, выявляют их причину. По результатам 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
1 Область применения 1.1 (1.1) 1.2 (1.2) 1.3 (1.5)	1 Область применения 1.1 1.2 1.3 1.4 1.5 1.6
2 Нормативные ссылки (раздел 2)	2 Ссылочные документы
3 Сущность метода (раздел 4)	3 Терминология
4 Назначение и применение (раздел 5)	4 Краткое изложение метода испытаний
5 Аппаратура (раздел 6)	5 Назначение и применение
6 Реактивы (раздел 7)	6 Аппаратура
7 Отбор проб (раздел 8)	7 Реактивы
8 Градуировка (раздел 9)	8 Отбор проб
9 Проведение испытания (раздел 10)	9 Градуировка
10 Обработка результатов испытания (раздел 11)	10 Проведение испытания
11 Контроль качества (раздел 12)	11 Вычисления
12 Прецизионность (раздел 13)	12 Контроль качества
Приложение X1 Контроль качества	13 Прецизионность и смещение
	Приложение X1 Контроль качества
Приложение ДА Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта ASTM	
<p align="center">П р и м е ч а н и е — После заголовков разделов настоящего стандарта приведены в скобках номера аналогичных им разделов (пунктов) стандарта ASTM.</p>	

УДК 665.733:546.711:543.421:006.354

МКС 75.160.20

IDT

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

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 22.01.2024. Подписано в печать 08.02.2024. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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