

**Нефтепродукты жидкие**

**БЕНЗИН**

Определение малых концентраций свинца методом  
атомно-абсорбционной спектроскопии

**Нафтапрадукты вадкія**

**БЕНЗІН**

Вызначэнне малых канцэнтрацый свінцу метадам  
атамна-абсарбцыйнай спектраметры

(EN 237:2004, IDT)

Издание официальное

БЗ 4-2005



**Ключевые слова:** нефтепродукты жидкие, топливо, анализ химический, определение содержания, свинец, метод атомно-абсорбционной спектрометрии

## Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации»

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»

ВНЕСЕН отделом стандартизации Госстандарта Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 28 апреля 2005 г. № 17

3 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 237:2004 «Flüssige Mineralölzeugnisse. Ottokraftstoff. Bestimmung von niedrigen Bleigehalten durch Atomabsorptionsspektrometrie» (ЕН 237:2004 «Нефтепродукты жидкие. Бензин. Определение малых концентраций свинца методом атомно-абсорбционной спектрометрии»).

Европейский стандарт разработан СЕН/ТК 19.

Перевод с немецкого языка (de).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в БелГИСС.

Сведения о соответствии стандартов, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве идентичного и модифицированного государственных стандартов, приведены в дополнительном приложении В.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

## Содержание

1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Сущность метода .....	2
4 Реактивы и материалы .....	2
5 Аппаратура .....	3
6 Отбор проб.....	3
7 Проведение испытаний .....	3
8 Обработка результатов .....	4
9 Представление результатов .....	4
10 Точность метода .....	5
11 Протокол испытания.....	5
Приложение А (справочное) Альтернативный метод .....	6
Библиография.....	7
Приложение В (справочное) Сведения о соответствии стандартов, на которые даны ссылки, государственным стандартам, принятым в качестве идентичного и модифицированного государственных стандартов .....	8

---

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ**

---

**Нефтепродукты жидкие  
БЕНЗИН****Определение малых концентраций свинца методом  
атомно-абсорбционной спектроскопии****Нафтапрадукты вадкія  
БЕНЗІН****Вызначэнне малых канцэнтрацый свінцу метадам  
атамна-абсарбцыйнай спектраметры**

Liquid petroleum products.

Petrol

Determination of low lead concentrations by atomic absorption spectrometry

---

Дата введения 2005-11-01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего содержания свинца в бензинах в диапазоне концентраций от 2,5 до 10 мг/л. Метод определения не зависит от вида алкильных соединений свинца.

Примечание 1 – В приложении А приведен альтернативный метод определения общего содержания свинца в диапазоне концентраций от 3,0 до 10,0 мг/л, который не обеспечивает высокую точность определения. Этот метод также не зависит от вида алкильных соединений свинца.

Примечание 2 – В настоящем стандарте обозначение (% V/V) применяется для выражения объемной доли в процентах.

Предупреждение – Применение настоящего стандарта связано с использованием опасных веществ, операций и оборудования. Настоящий стандарт не охватывает всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за соблюдение техники безопасности и установление ограничений по применению стандарта несет пользователь настоящего стандарта.

**2 Нормативные ссылки**

Настоящий стандарт содержит требования из других публикаций посредством датированных и недатированных ссылок. При датированных ссылках на публикации последующие изменения или последующие редакции этих публикаций действительны для настоящего стандарта только в том случае, если они введены в действие путем изменения или путем подготовки новой редакции. При недатированных ссылках на публикации действительно последнее издание приведенных публикаций.

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ЕН ИСО 1042:1999 Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной меткой

ЕН ИСО 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб

ЕН ИСО 3171:1999 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов

ИСО 385-1:1984 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ИСО 648:1977 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

### 3 Сущность метода

Разбавленная в 10 раз (V/V) метилизобутилкетон и обработанная йодом проба распыляется в ацетилено-воздушном пламени атомно-абсорбционного спектрометра. Экстинкция (поглощение) измеряется при длине волны 217,0 нм. Сравнение проводится с калибровочными растворами, содержание свинца в которых установлено.

Примечание – В приложении А приведен альтернативный метод определения общего содержания свинца, однако этот метод не обеспечивает высокую точность определения. Этот метод применяют в случае, если спектрометр при длине волны 217,0 нм недостаточно стабилен для получения правильных результатов.

### 4 Реактивы и материалы

Все реактивы должны быть пригодными для проведения анализа.

**4.1 Воздух** без примеси масла, под давлением в газовом баллоне или из компрессора.

**4.2 Ацетилен** под давлением в газовом баллоне.

Предупреждение – Сжатые газы должны храниться вне лаборатории.

**4.3 Толуол**

**4.4 2,2,4-триметилпентан** (изооктан)

**4.5 Метилизобутилкетон** (МИБК)

**4.6 Смесь из 50 % (V/V) толуола и 50 % (V/V) изооктана**

**4.7 Аликват 336** (трикаприлметилхлорид аммония)

**4.8 Раствор с объемной долей 10 % аликата 336 в МИБК**

100 мл ( $88,0 \pm 0,1$ ) г аликата 336 растворяют в МИБК и доводят объем МИБК до 1 л.

**4.9 Раствор с объемной долей 1 % аликата 336 в МИБК**

10 мл ( $8,8 \pm 0,05$ ) г аликата 336 растворяют в МИБК и доводят объем МИБК до 1 л.

**4.10 Йодный раствор**

( $3,0 \pm 0,1$ ) г сублимированного йода растворяют в толуоле и доводят объем толуолом до 100 мл.

**4.11 Хлорид свинца ( $PbCl_2$ )**, степень чистоты которого составляет 99 % (m/m).

**4.12 Концентрированный стандартный раствор свинца с (Pb) = 1000 мг/л**

335,6 мг хлорида свинца (4.11), предварительно высушенного при температуре около  $105\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение не менее трех часов, помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл (5.4) и растворяют в 200 мл раствора с объемной долей 10 % аликата 336 в МИБК (4.8). Объем раствора доводят до метки раствором с объемной долей 10 % аликата 336 в МИБК, хорошо перемешивают. Содержимое колбы переносят в бутылку из темного стекла, плотно укупоривают полиэтиленовой пробкой. Концентрированный стандартный раствор содержит 1000 мг/л свинца.

Примечание 1 – Концентрированный стандартный раствор свинца сохраняет стабильность в течение не менее 6 мес.

Примечание 2 – Можно приготовить раствор меньшего объема, например 100 мл. Однако приведенные в разделе 10 показатели точности были определены при применении мерных колб вместимостью 250 мл.

**4.13 Разбавленный стандартный раствор свинца с (Pb) = 100 мг/л**

С помощью пипетки (5.5) точно отбирают 25,0 мл концентрированного стандартного раствора свинца (4.12), помещают его в мерную колбу вместимостью 250 мл (5.4) и объем доводят до метки раствором с объемной долей 1 % аликата в МИБК (4.9), хорошо перемешивают. Содержимое колбы переносят в бутылку из темного стекла, укупоривают полиэтиленовой пробкой. Разбавленный стандартный раствор содержит 100 мг/л свинца.

Примечание – Можно приготовить раствор меньшего объема, например 100 мл. Однако приведенные в разделе 10 показатели точности были определены при применении мерных колб вместимостью 250 мл.

#### 4.14 Калибровочные растворы свинца (концентрацией свинца 2,5, 5,0, 7,5 и 10 мг/л)

С помощью пипетки (5.5) или микробюретки (5.3) в мерные колбы вместимостью 100 мл вносят точно отмеренные объемы 2,5, 5,0, 7,5 и 10 мл разбавленного стандартного раствора свинца (4.13). В каждую колбу добавляют 5 мл раствора с объемной долей 1 % аликвата в МИБК (4.9) и доводят объем до метки МИБК. Раствор хорошо перемешивают и мерные колбы укупоривают полиэтиленовой пробкой.

### 5 Аппаратура

Стеклопосуда лабораторная, а также ниже перечисленное:

**5.1 Пламенный атомно-абсорбционный спектрометр**, предназначенный для измерений при длине волны 217,0 нм и оснащенный горелкой для ацетилено-воздушного пламени, пригодной для работы с органическими растворами.

Примечание – Следует обратить внимание на приведенный в приложении А альтернативный метод испытания, который применяется для измерений на длине волны 283,3 нм.

**5.2 Лампа с полым катодом на свинец**

**5.3 Микробюретка** вместимостью 10 мл, соответствующая требованиям ИСО 385-1 для класса А.

**5.4 Мерные колбы** вместимостью 50, 100, 250 мл и 1 л, соответствующие требованиям ИСО 1042 для класса А.

**5.5 Пипетки с одной отметкой** вместимостью 2, 5, 10, 20, 25 и 50 мл, соответствующие требованиям ИСО 648 для класса А, со всасывающей грушей.

**5.6 Микропипетки** вместимостью 100 мкл типа Eppendorf или аналогичные.

**5.7 Весы аналитические** с пределом допускаемой погрешности 0,1 мг

### 6 Отбор проб

Если не установлены другие требования, пробы отбирают по ЕН ИСО 3170 или ЕН ИСО 3171 и/или в соответствии с требованиями других стандартов, устанавливающих методы отбора проб бензинов.

### 7 Проведение испытаний

#### 7.1 Общие положения

Объемы измеряют при фиксированной температуре  $T_x$ . В стандартном случае применяемую стеклянную мерную посуду калибруют при температуре 20 °С.

Рабочие калибровочные растворы, а также раствор пробы должны приготавливаться и использоваться в день проведения измерений.

**7.2 Приготовление рабочих калибровочных растворов** (концентрацией свинца 0,25, 0,50, 0,75 и 1,0 мг/л)

**7.2.1** В мерную колбу вместимостью 50 мл, в которой содержится 30 мл МИБК, добавляют 5,0 мл калибровочного раствора с низким содержанием свинца (4.14). Затем добавляют 5,0 мл смеси толуола и изооктана (4.6). Эту процедуру повторяют для каждого калибровочного раствора с низким содержанием свинца (2,5, 5,0, 7,5 и 10,0 мг/л). В случае холостой пробы к 30 мл МИБК добавляют только 5,0 мл смеси толуола и изооктана.

**7.2.2** Сразу после этого в колбы добавляют по 0,1 мл йодного раствора (4.10) с помощью микропипетки (5.6). Раствор тщательно перемешивают и выдерживают в течение не менее 1 мин для протекания реакции.

**7.2.3** Добавляют 5 мл раствора с объемной долей 1 % аликвата в МИБК (4.9) и тщательно перемешивают.

**7.2.4** Объем содержимого каждой колбы доводят до метки МИБК (4.5) и снова тщательно перемешивают.

#### 7.3 Приготовление раствора пробы

**7.3.1** Приблизительно 30 мл МИБК (4.5) помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл (5.4), затем с помощью пипетки (5.5) вносят 5,0 мл пробы и тщательно перемешивают.

7.3.2 Сразу после этого с помощью микропипетки (5.6) в колбу добавляют 0,1 мл йодного раствора (4.10). Раствор тщательно перемешивают и выдерживают в течение не менее 1 мин для протекания реакции.

7.3.3 Добавляют 5 мл раствора с объемной долей 1 % аликвата в МИБК (4.9) и тщательно перемешивают.

7.3.4 Объем содержимого колбы доводят до метки с МИБК (4.5) и снова тщательно перемешивают.

#### 7.4 Подготовка к работе спектрометра

7.4.1 Лампу с полым катодом на свинец (5.2) помещают в спектрометр (5.1). Спектрометр включают до проведения измерения для достижения стабильного рабочего режима.

7.4.2 Ток лампы, коэффициент усиления и зазор устанавливают в соответствии с инструкцией к прибору. Длину волны настраивают в области 217,0 нм таким образом, чтобы была достигнута наибольшая интенсивность.

7.4.3 Устанавливают головку горелки для ацетилен-воздушной смеси и зажигают пламя.

7.4.4 Чистый МИБК впрыскивают и регулируют скорость потока ацетилена (4.2) и воздуха (4.1) таким образом, чтобы поддерживать пламя, которое испытывает дефицит топлива и имеет бледно-голубой цвет.

7.4.5 Затем впрыскивают чистый МИБК (4.5) для того, чтобы установить нулевое показание спектрометра.

7.4.6 Распыляют рабочий калибровочный раствор с массовой концентрацией свинца 1,0 мг/л и регулируют пламя таким образом, чтобы получить максимальный сигнал.

7.4.7 Для проведения дополнительного контроля нулевого показания впрыскивают чистый МИБК (4.5); для контроля линейности калибровки распыляют холостую пробу и рабочие калибровочные растворы (7.2).

#### 7.5 Проведение испытания

Впрыскивают рабочие калибровочные растворы (7.2) и подготовленные растворы пробы (7.3) и регистрируют результаты экстинкции.

Примечание – Стабильность спектрометра контролируют после испытания каждых пяти проб, используя для этого калибровочный раствор с массовой концентрацией свинца 0,50 мг/л. В случае если получены значения концентрации свинца ниже 0,48 мг/л и выше 0,52 мг/л, необходимо вновь откалибровать прибор и повторить измерения для последних пяти проб.

### 8 Обработка результатов

Массовую концентрацию свинца в пробе  $\rho$  (Pb), мг/л, определяют по калибровочной кривой, отражающей зависимость значений экстинкций от концентрации свинца в калибровочных растворах. Современные спектрометры оснащены встроенными интеграторами, позволяющими получать результат измерения непосредственно без построения калибровочной кривой.

Массовую концентрацию свинца в пробе  $c$  (Pb), мг/л, рассчитывают по формуле

$$c \text{ (Pb)} = 10 \times \rho \text{ (Pb)} \times (1 + 0,0012 (T_x - 15)), \quad (1)$$

где  $\rho$  (Pb) – определенная массовая концентрация свинца, мг/л;

$T_x$  – температура, при которой проведено определение, °C.

Примечание – Поправочный коэффициент на °C при 15 °C равен для карбюраторного топлива 0,0011 и для авиационного топлива 0,0013. В качестве компромиссного решения для приведенной выше формулы выбрано значение коэффициента, равное 0,0012. Данное значение соответствует среднему значению коэффициента для групп 3 и 4 таблицы 7 (сокращенной таблицы поправок объема) [1].

### 9 Представление результатов

Содержание свинца выражается как массовая концентрация в миллиграммах на литр, значение которой округлено до 0,1 мг/л.

Примечание 1 – Для получения результата в граммах на литр определенное значение следует разделить на 1000.

Примечание 2 – Эти требования распространяются и на приведенный в приложении А альтернативный метод.

## 10 Точность метода

### 10.1 Общие требования

Показания точности метода основываются на результатах испытаний, проверенных в 11 лабораториях. В результате этих испытаний среднее значение 5.0 мг/л было определено как среднее содержание свинца. Вероятность изменения показателей точности при изменении содержания свинца в растворе минимальна.

#### 10.1 Повторяемость (сходимость) $r$

Расхождение между двумя результатами определения, полученными одним исполнителем на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях испытания, на идентичном испытуемом продукте при обычном и правильном выполнении метода испытания, только в одном случае из двадцати может превышать значение, приведенное в таблице 1.

#### 10.2 Воспроизводимость $R$

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными исполнителями, работающими в различных лабораториях на идентичном испытуемом продукте при обычном и правильном выполнении метода испытания, только в одном случае из двадцати может превышать значение, приведенное в таблице 1.

Таблица 1 – Повторяемость (сходимость) и воспроизводимость

Массовая концентрация свинца в пробе, мг/л	Повторяемость (сходимость), мг/л	Воспроизводимость, мг/л
2,5 – 10	0,12	0,62

## 11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующие сведения:

- тип и идентификацию испытуемого продукта;
- ссылку на настоящий стандарт;
- метод отбора проб (раздел 6);
- используемый метод (основной или альтернативный метод согласно приложению А);
- представление результатов (раздел 9);
- любое отклонение от установленного метода испытаний;
- дату проведения испытаний.



## Приложение А (справочное)

### Альтернативный метод

В случае если спектрометр при длине волны 217,0 нм недостаточно стабилен, для получения результатов определений с точностью, соответствующей требованиям ЕН 237, для бензинов можно применять альтернативный метод определения общего содержания свинца в диапазоне концентраций от 3 до 10 мг/л. Этот метод также не зависит от вида алкильных соединений свинца.

Отличия альтернативного метода от изложенного в стандарте:

- пробу разбавляют в 5 раз (V/V) МИБК, обрабатывают йодным раствором и впрыскивают в воздушно-ацетиленовую смесь атомно-абсорбционного спектрометра. Экстинкция измеряется при длине волны 283,3 нм и сравнивается с экстинкцией калибровочных растворов с известным содержанием свинца;

- атомно-абсорбционный спектрометр должен позволять проводить измерения при длине волны 283,3 нм;

- калибровочные растворы (с массовой концентрацией свинца 0,50, 1,0, 1,5 и 2,0 мг/л) приготавливают следующим образом:

- в мерную колбу вместимостью 50 мл, содержащую 10 мл МИБК (4.5), вносят 10 мл калибровочного раствора с низкой концентрацией свинца (4.14), добавляют 10 мл смеси толуола с изооктаном (4.6). Эту процедуру повторяют для каждого калибровочного раствора с низким содержанием свинца (2,5, 5,0, 7,5 и 10 мг/л). Для приготовления холостой пробы к 10 мл МИБК добавляют 10 мл смеси толуола с изооктаном;

- сразу после этого в колбы добавляют по 0,2 мл йодного раствора (4.10) с помощью микропипетки (5.6). Раствор тщательно перемешивают и выдерживают в течение не менее 1 мин для протекания реакции;

- добавляют 10 мл раствора с объемной долей 1 % аликвата 336 в МИБК (4.9) и тщательно перемешивают;

- объем содержимого каждой колбы доводят до метки МИБК (4.5) и снова тщательно перемешивают;

- раствор пробы приготавливают следующим образом:

- в мерную колбу вместимостью 50 мл (5.4) вносят приблизительно 10 мл МИБК (4.5), затем 10 мл пробы с помощью пипетки (5.5) и тщательно перемешивают;

- сразу после этого в колбу добавляют 0,2 мл йодного раствора (4.10) с помощью микропипетки (5.6). Раствор тщательно перемешивают и выдерживают в течение не менее 1 мин для протекания реакции;

- добавляют 10 мл раствора с объемной долей 1 % аликвата в МИБК (4.9) и тщательно перемешивают;

- объем содержимого каждой колбы доводят до метки МИБК и снова тщательно перемешивают;

- для контроля эксплуатационных характеристик спектрометра при длине волны 283,3 нм и достижения максимальной чувствительности необходимо применять калибровочный раствор с массовой концентрацией свинца 2,0 мг/л.

- для контроля стабильности спектрометра необходимо после испытания каждых пяти проб проводить измерение калибровочного раствора с массовой концентрацией свинца 1,0 мг/л. В случае если получены значения ниже 0,96 мг/л и выше 1,04 мг/л, необходимо вновь откалибровать прибор и повторить измерения для последних пяти проб;

- содержание свинца в пробе с (Pb), мг/л, рассчитывают по следующей формуле

$$c(\text{Pb}) = 5 \times \rho(\text{Pb}) \times (1 + 0,0012(T_x - 15)), \quad (\text{A.1})$$

где  $\rho(\text{Pb})$  – определенная массовая концентрация свинца, мг/л;

$T_x$  – температура, при которой проведено определение, °С;

- показатели точности, приведенные в таблице А1, основываются на результатах испытаний, которые были проведены в 11 лабораториях. В результате этих испытаний среднее значение 5,0 мг/л было определено как среднее содержание свинца. Вероятность изменения показателей точности при изменении содержания свинца в растворе минимальна.

**Таблица А1 – Повторяемость (сходимость) и воспроизводимость**

Массовая концентрация свинца в пробе, мг/л	Повторяемость (сходимость), мг/л	Воспроизводимость, мг/л
3 – 10	0,08	1,4

**Библиография**

- [1] ASTM D 1250:2004 Standard Guide for Use of the Petroleum Measurement Tables (Стандартное руководство по использованию таблиц измерения нефти)

**Приложение В**  
(справочное)

**Сведения о соответствии стандартов, на которые даны ссылки,  
государственным стандартам, принятым в качестве идентичного и  
модифицированного государственных стандартов**

Обозначение и наименование европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ЕН ИСО 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб	IDT	СТБ ИСО 3170-2004 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб
ЕН ИСО 3171:1999 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов	MOD	ГОСТ 2517-85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

Ответственный за выпуск И.А.Воробей

---

Сдано в набор 04.05.2005. Подписано в печать 30.05.2005. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.  
Гарнитура Ариал. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,16 Уч.- изд. л. 0,45 Тираж экз. Заказ

---

Издатель и полиграфическое исполнение  
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»  
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.  
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.