
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
31871–
2012

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ И АВИАЦИОННЫЕ

Определение бензола методом инфракрасной спектроскопии

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 – 92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 – 2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти», Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 24 октября 2012 г. № 52-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 4053 – 2004 Standard test method for benzene in motor and aviation gasoline by Infrared spectroscopy (Стандартный метод определения бензола в автомобильном и авиационном бензине с помощью инфракрасной спектроскопии).

Настоящий стандарт разработан на основе ГОСТ Р 51930-2002 «Бензины автомобильные и авиационные. Определение бензола методом инфракрасной спектроскопии»

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия – идентичная (IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5–2001 (подраздел 3.6).

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 июня 2013 г. № 169-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31871–2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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

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

БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ И АВИАЦИОННЫЕ

Определение бензола методом инфракрасной спектроскопии

Motor and aviation gasolines. Determination of benzene by method of infrared spectroscopy

Дата введения – 2014–07–01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения бензола от 0,1 % об. до 5,0 % об. в автомобильных и авиационных бензинах.

1.2 Настоящий стандарт не распространяется на бензины, содержащие оксигенаты. Для бензинов, содержащих оксигенаты, рекомендуется применять метод ASTM D 6277.

В настоящем методе описаны некоторые оксигенаты, которые являются мешающими факторами.

1.3 Значения единиц СИ рассматриваются как стандартные.

1.4 Настоящий стандарт не ставит своей целью решение всех проблем техники безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за разработку необходимых мер техники безопасности и охраны здоровья персонала, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ASTM D 4057 Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products (Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов)

ASTM D 6277 Test method for determination of benzene in spark ignition engine fuels using mid infrared spectroscopy (Определение бензола в топливах для двигателей с искровым зажиганием методом инфракрасной спектроскопии)

ASTM E 131 Terminology relating to molecular spectroscopy (Терминология, относящаяся к молекулярной спектроскопии)

ASTM E 932 Practice for describing and measuring performance of dispersive infrared spectrophotometers (Практическое руководство по описанию и измерению характеристик дисперсионных инфракрасных спектрофотометров)

ASTM E 1421 Practice for describing and measuring performance of Fourier transform mid-infrared (FT-MIR) spectrometers: level zero and level one tests [Практическое руководство по описанию и измерению характеристик инфракрасных спектрометров с преобразователем Фурье (FT – MIR): испытания на нулевом уровне и уровне one]

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 Термины, относящиеся к спектроскопии поглощения и используемые в настоящем методе, соответствуют ASTM E 131. Наиболее важными терминами являются следующие:

3.1.2 **поглощение А**: Свойство молекул вещества поглощать энергию излучения.

Поглощение определяют по формуле

$$A = \log_{10}(1/T) = -\log_{10}T, \quad (1)$$

где T – коэффициент пропускания (3.1.5).

3.1.3 **энергия излучения**: Энергия, испускаемая в виде электромагнитных волн.

3.1.4 **мощность излучения P** : Скорость энергии в пучке энергии излучения.

3.1.5 **коэффициент пропускания T** : Свойство молекул вещества пропускать излучение.

Коэффициент пропускания рассчитывают по формуле

$$T = P/P_0, \quad (2)$$

где P – мощность излучения, прошедшего через образец;

P_0 – мощность излучения, поступающего на образец.

4 Сущность метода

Образец бензина исследуют методом инфракрасной спектроскопии и после коррекции на помехи сравнивают с калибровочными смесями, содержащими известные концентрации бензола. Такое сравнение позволяет определить количество бензола в бензине.

5 Значение и использование

Бензол является токсическим веществом. Знание концентрации этого соединения в бензине может помочь оценить возможную опасность для здоровья персонала, работающего и использующего бензин. Настоящий метод испытания не предназначен для оценки такой опасности.

6 Помехи

6.1 Толуол и более тяжелые ароматические соединения являются мешающими факторами для настоящего метода испытания. Сведению к минимуму влияния таких помех способствует процедура настоящего метода, которая корректирует ошибку, вызванную присутствием толуола. Ошибка за счет других источников помех может быть частично компенсирована путем калибровки базового компонента бензина (его основы), содержащего незначительное количество бензола, но который по составу ароматических соединений подобен испытываемому образцу.

7 Аппаратура

7.1 Абсорбционная герметичная кювета с окнами из бромида калия или другого материала, имеющего коэффициент пропускания до 440 см^{-1} (22,73 мкм), с тефлоновой (TFE) крышкой и номинальной длиной пути 0,025 мм, определяемой до третьей значащей цифры.

7.2 Блок сравнения, чистый для пропускания пучка сравнения двухлучевого спектрометра, изготовленный из того же материала, что и окна кюветы.

7.3 Двухлучевой или однолучевой ИК-спектрометр, обеспечивающий запись точных измерений от 690 см^{-1} (14,49 мкм) до 440 см^{-1} (22,73 мкм) (см. ASTM E 932 и ASTM D 1421).

П р и м е ч а н и е – Предполагается, что измеряемые значения поглощения, получаемые при использовании этого метода, попадают в линейный рабочий диапазон современных спектрометров для определенного предела концентраций.

8 Реактивы

8.1 Бензол для спектроскопии или квалификации х.ч. (**Предупреждение** – Яд, канцероген, вреден или смертелен при приеме внутрь. Чрезвычайно воспламеняем).

8.2 Толуол для спектроскопии или квалификации х.ч. (**Предупреждение** – Воспламеняем, вреден при вдыхании паров).

8.3 Изооктан (2,2,4-триметилпентан) или *n*-гептан для спектроскопии или квалификации х.ч. (**Предупреждение** – Изооктан и *n*-гептан чрезвычайно воспламеняемы, вредны при вдыхании паров).

9 Отбор проб

9.1 Отбор проб проводят в соответствии с ASTM D 4057. (**Предупреждение** – Бензины чрезвычайно воспламеняемы и вредны при вдыхании).

9.2 Контейнер с образцом охлаждают до температуры от $0 \text{ }^\circ\text{C}$ до $4 \text{ }^\circ\text{C}$, затем его открывают и переносят образец в другой контейнер.

10 Калибровка

10.1 Стандартные смеси

Готовят стандартные смеси бензола, используя в качестве растворителя свежую широкую фракцию бензина с низким содержанием бензола (менее 1 % об.). Измеряют и разбавляют все компоненты при температуре окружающей среды.

Пипеткой с большой точностью вводят требуемый объем бензола в мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая, которые частично заполнены бензином. Доводят до метки бензином. Готовят смеси, увеличивая каждый раз объем бензола на 1 %.

10.2 Стандартный раствор толуола

Готовят смесь толуола в изооктане или в *n*-гептане, выбранных в качестве растворителей. Измеряют и разбавляют все компоненты при температуре окружающей среды. Пипеткой с большой точностью вводят 2 см³ толуола в мерную колбу вместимостью 10 см³, частично наполненную изооктаном или *n*-гептаном. Доводят до метки выбранным растворителем.

10.3 Калибровка

10.3.1 В соответствии с процедурой раздела 11 для каждой из стандартных смесей и базового компонента бензина определяют три значения поглощения:

1 – в точке максимального поглощения в области 673 см⁻¹ (14,86 мкм), соответствующей спектральной полосе бензола;

2 – в точке максимального поглощения в области 460 см⁻¹ (21,74 мкм), соответствующей спектральной полосе толуола, и

3 – при 500 см⁻¹ (20,00 мкм), соответствующей положению базовой линии.

10.3.2 В соответствии с процедурой раздела 11 для стандартного раствора толуола определяют значения поглощения в областях спектра (10.3.1) для полос бензола, толуола и положения базовой линии. Вычитают значение поглощения, соответствующее положению базовой линии в области 500 см⁻¹, из значений, определенных для бензола при 673 см⁻¹ и толуола при 460 см⁻¹, для получения чистого поглощения каждого из них. Для получения поправочного коэффициента на толуол определяют отношение поглощения бензола к поглощению толуола.

10.3.3 Для базового компонента бензина и каждой смеси, рассмотренной в 10.3.1, получают чистое значение поглощения на полосах бензола и толуола вычитанием значения поглощения, соответствующего положению базовой линии, из значения поглощения, определенного в максимуме полос. Процедуру проводят для каждой жидкости, умножают чистое поглощение, определенное для полосы толуола, на поправочный коэффициент толуола (10.3.2) и вычитают это значение из чистого поглощения, определенного для полосы бензола, чтобы получить чистое скорректированное значение поглощения для полосы бензола.

10.3.4 Строят кривую зависимости чистого скорректированного значения поглощения бензола для каждой калибровочной жидкости, определенной в 10.3.3 и деленной на длину пути кюветы в миллиметрах, от объемного процента добавленного бензола для каждой калибровочной жидкости.

10.3.5 Экстраполируют кривую к нулевому значению поглощения. За объемную долю бензола в бензине, использованном в качестве растворителя, принимают абсолютное значение в точке пересечения.

10.3.6 Строят калибровочную кривую стандартных смесей, повторно нанося на график значения поглощения, соответствующие базовой линии, через каждый миллиметр (10.3.5) относительно общей объемной доли бензола таким образом, чтобы кривая проходила через начало координат.

Примечание — Вместо графика может быть использовано линейное уравнение.

11 Проведение испытания

11.1 Промывают кювету изооктаном или аналогичным растворителем и сушат под вакуумом.

11.2 Наполняют абсорбционную кювету испытуемым образцом. Во время этой операции кювета и образец должны находиться при температуре окружающей среды.

При наличии конденсации влаги помещают кювету в сухую инертную атмосферу. Принимают меры предосторожности, чтобы не допустить образования воздушных карманов в кювете, и немедленно сканируют во избежание образования пузырьков. Во время периода сканирования наблюдают за кюветой, контролируя образование пузырьков.

11.3 Сканируют инфракрасный спектр от 690 см⁻¹ (14,99 мкм) до 440 см⁻¹ (22,73 мкм) и

сопоставляют с чистым блоком сравнения в пучке сравнения (для двухлучевого режима); при сканировании необходимо следовать указаниям фирмы-изготовителя.

11.4 Определяют и корректируют чистое поглощение для полосы бензола, как указано в 10.3.3.

11.5 Рассчитывают отношение скорректированной спектральной полосы поглощения для бензола (11.4) к длине стороны кюветы в миллиметрах.

12 Обработка результатов

12.1 Рассчитывают объемную долю бензола в бензине в процентах, используя калибровочную кривую (10.3.6) или уравнение (см. примечание к 10.3.6) вместе со значением спектральной полосы поглощения для бензола, установленным в 11.5.

12.2 При необходимости объемную долю бензола переводят в массовую долю B , %, по формуле

$$B = V \cdot 0,8844/R, \quad (3)$$

где B – содержание бензола, % масс.;

V – содержание бензола, % об.;

R – относительная плотность образца, 15/15 °С.

13 Протокол испытания

Записывают полученные результаты испытаний с точностью до 0,1 % об.

14 Прецизионность и отклонение

Прецизионность настоящего метода, полученная статистическим исследованием межлабораторных результатов испытаний следующая:

14.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре в постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в длительном процессе работы при нормальном и правильном выполнении метода, не должно превышать 0,08 % об. более чем в одном случае из двадцати.

14.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в длительном процессе работы при нормальном и правильном выполнении метода, не должно превышать 0,18 % об. более чем в одном случае из двадцати.

14.3 Отклонение

Для статистического определения отклонения данные межлабораторных испытаний отсутствуют.

**Приложение ДА
(справочное)**

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ASTM D 4057 Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов	–	*
ASTM D 6277 Определение бензола в топливах для двигателей с искровым зажиганием методом инфракрасной спектроскопии	–	*
ASTM E 131 Терминология, относящаяся к молекулярной спектроскопии	–	*
ASTM E 932 Практическое руководство по описанию и измерению характеристик дисперсионных инфракрасных спектрофотометров	–	*
ASTM E 1421 Практическое руководство по описанию и измерению характеристик инфракрасных спектрометров с преобразователем Фурье (FT – MIR): испытания на нулевом уровне и уровне one	–	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84¹/₈.

Усл. печ. л. 1,4. Тираж 35 экз. Зак. 708.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru