

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
53581—  
2009

---

**БЕНЗИН**  
**Определение содержания фосфора**

Издание официальное

БЗ 2—2009/682



Москва  
Стандартинформ  
2010

## 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 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4, который выполнен ФГУП «Стандартинформ»

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 15 декабря 2009 г. № 889-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM Д 3231—02 «Стандартный метод определения фосфора в бензине» (ASTM D 3231—02 «Standard test method for phosphorus in gasoline»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

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

### 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*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*

© Стандартинформ, 2010

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 . . . . .   | 1 |
| 4 Значение и применение . . . . .   | 1 |
| 5 Аппаратура . . . . .  | 2 |
| 6 Реактивы . . . . .  | 2 |
| 7 Отбор проб . . . . .  | 3 |
| 8 Калибровка . . . . .  | 3 |
| 9 Проведение испытания . . . . .  | 4 |
| 10 Расчеты . . . . .  | 6 |
| 11 Контроль качества . . . . .  | 6 |
| 12 Прецизионность и отклонение . . . . .  | 6 |
| Приложение А (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным стандартам . . . . . | 8 |

**БЕНЗИН****Определение содержания фосфора**

Gasoline. Determination of the phosphorus content

Дата введения — 2010—07—01

**1 Область применения**

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания фосфора, обычно присутствующего в виде сложных эфиров или солей пятивалентного фосфора или и тех, и других в бензине. Настоящий метод испытания применим для определения фосфора в диапазоне от 0,2 до 40 мг Р/дм<sup>3</sup> или от 0,0008 до 0,15 г Р/американский галлон.

1.2 Значения, приведенные в допустимых единицах СИ, должны рассматриваться как стандартные. Значения, приведенные в круглых скобках, даны только для информации.

1.3 Настоящий стандарт не ставит своей целью рассмотреть все проблемы техники безопасности, связанные с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих мероприятий по технике безопасности и охране здоровья персонала и определение применимости регламентированных ограничений перед его использованием. Особые предупреждения об опасности для здоровья представлены в разделе 6 и 9.5.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

АСТМ Д 1193 Спецификация на реактивную воду

АСТМ Д 4057 Руководство по ручному отбору проб нефти и нефтепродуктов

АСТМ Д 6299 Руководство по применению статистических количественных точностных методов оценки работы аналитических систем измерения

АСТМ Е 832 Спецификация на лабораторную фильтровальную бумагу

**3 Сущность метода**

3.1 Органическое вещество в образце разлагают путем прокаливания в присутствии оксида цинка. Остаток растворяют в серной кислоте и подвергают реакции с молибдатом аммония и сульфатом гидразина. Поглощающая способность комплекса молибденового синего пропорциональна концентрации фосфора в образце и отмечается в области поглощения приблизительно при 820 нм в ячейке с длиной световой дорожки 5 см.

**4 Значение и применение**

4.1 Фосфор в бензине повреждает каталитические конверторы, используемые в системах контроля за выхлопными газами автомобиля, и поэтому его уровень следует сохранять низким.

## 5 Аппаратура

5.1 Бюретка вместимостью 10 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,05 см<sup>3</sup>.

5.2 Баня, поддерживающая постоянную температуру (термостат), способная вмещать несколько мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая, погруженных до метки. Баня должна иметь достаточно большой резервуар или теплоемкость, чтобы сохранять температуру от 82,2 °С до 87,8 °С в течение всего периода нагревания образца.

**П р и м е ч а н и е** — Если температура горячей водяной бани падает ниже 82,2 °С, то проявление цвета в этих условиях не сможет завершиться.

5.3 Охлаждающая баня, оборудованная так, чтобы вмещать несколько мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup>, погруженных до метки в смесь воды и льда.

5.4 Фильтровальная бумага класса G для удаления осадков по ASTM E 832 для количественного анализа.

5.5 Чашка для прокаливания фарфоровая, покрытая внутри и снаружи глазурью (размер № 00А, диаметр — 75 мм, вместимость — 70 см<sup>3</sup>).

5.6 Спектрофотометр, оборудованный вольфрамовой лампой с фотоэлементом, чувствительным к красному цвету, способным работать в области поглощения при 830 нм, и с ячейками, имеющими длину световой дорожки 5 см.

5.7 Термометр ASTM 34С или ASTM 34F диапазоном измерения температуры от 25 °С до 105 °С.

5.8 Мерная колба вместимостью 100 см<sup>3</sup> с пришлифованной пробкой.

5.9 Мерная колба вместимостью 1000 см<sup>3</sup> с пришлифованной пробкой.

5.10 Шприц градуированный Luer-Lok вместимостью 10 см<sup>3</sup>, снабженный иглами длиной 5 и 22 см.

## 6 Реактивы

### 6.1 Чистота реактивов

Реактив марки «х. ч.» должен использоваться во всех испытаниях. Если не указано иное, то подразумевается, что все реактивы должны соответствовать спецификациям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества<sup>1)</sup>, если такие спецификации доступны. Другие марки можно использовать, если сначала установлено, что реактив имеет достаточно высокую чистоту, что позволяет его использовать, не уменьшая при этом точность определения.

### 6.2 Чистота воды

Если другие указания отсутствуют, то, когда речь идет о воде, подразумевается реактивная вода типов II или III по ASTM D 1193.

### 6.3 Раствор молибдата аммония

**(Предупреждение** — При горении может выделяться ядовитый газ, который раздражает кожу и глаза. Вреден для здоровья при проглатывании). **(Предупреждение** — В дополнение к другим предосторожностям при добавлении концентрированной серной кислоты к воде следует защищать лицо маской, иметь резиновые перчатки и резиновый фартук). К 500 см<sup>3</sup> воды, содержащейся в лабораторном стакане, помещенном в баню с холодной водой, при непрерывном перемешивании медленно добавляют 225 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, относительная плотность — 1,84), используя для измерения градуированные цилиндры; охлаждают до комнатной температуры и добавляют 20 г тетрагидрата молибдата аммония [(NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>2</sub> · 4H<sub>2</sub>O]; перемешивают до полного растворения и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>; доводят до метки водой.

### 6.4 Раствор сульфата гидразина

Растворяют 1,5 г сульфата гидразина **(Предупреждение** — Канцероген) (H<sub>2</sub>NNH<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) в 1 дм<sup>3</sup> воды, измеренной градуированным цилиндром **(Предупреждение** — Этот раствор нестабилен. Его следует хранить плотно закупоренным в темном помещении. По прошествии трех недель готовят свежий раствор).

<sup>1)</sup> Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, DC. За предложениями по испытанию реактивов, не перечисленных Американским химическим обществом, следует обращаться к Analar Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Pool, Dorset, U.K., и к United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

### 6.5 Смешанный реактив молибдат-гидразин

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, содержащую приблизительно 50 см<sup>3</sup> воды, пипеткой переносят 25 см<sup>3</sup> раствора молибдата аммония, добавляют пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора H<sub>2</sub>NNH<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и доводят до метки водой.

**Примечание** — Данный реактив нестабилен и должен использоваться в течение четырех часов. Его готовят непосредственно перед использованием. На каждое определение (включая холостой опыт) используют 50 см<sup>3</sup> реактива молибдат-гидразина.

### 6.6 Стандартный исходный раствор фосфорсодержащего соединения (1,00 мг P/см<sup>3</sup>)

Сушат приблизительно 5 г дигидрофосфата калия (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) в сушильном шкафу (термостате) при температуре от 105 °С до 110 °С в течение трех часов. Растворяют (4,393 ± 0,002) г указанного реактива в 150 см<sup>3</sup> измеренной градуированным цилиндром серной кислоты H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1 + 10) (6.8), содержащейся в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>; доводят до метки водой.

### 6.7 Стандартный раствор фосфорсодержащего соединения (10,0 мкг P/см<sup>3</sup>)

10 см<sup>3</sup> исходного стандартного раствора фосфорсодержащего соединения переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят до метки водой.

### 6.8 Серная кислота (1 + 10)

**(Предупреждение** — Концентрированная серная кислота вызывает серьезные ожоги. Сильный окислитель). **(Предупреждение** — В дополнение к другим предосторожностям следует защищать лицо маской, иметь резиновые перчатки и резиновый фартук при добавлении концентрированной серной кислоты к воде). Используя градуированные цилиндры для измерения, добавляют медленно, непрерывно перемешивая, 100 см<sup>3</sup> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (относительная плотность — 1,84) в 1 дм<sup>3</sup> воды в лабораторном стакане, помещенном в баню с холодной водой.

### 6.9 Оксид цинка

**(Предупреждение** — См. 6.8.). **(Предупреждение** — Высокая плотность оксида цинка может привести к разбрызгиванию. Плотность приблизительно 5,5 г/см<sup>3</sup> была признана удовлетворительной).

6.10 Образцы контроля качества (QC) (QC образцы) предпочтительно должны быть образцами одного или более жидких нефтепродуктов, которые являются стабильными и представительными. Эти QC образцы могут быть использованы для проверки достоверности результатов процесса испытания (раздел 11).

## 7 Отбор проб

7.1 Пробы отбирают в соответствии ASTM Д 4057.

7.2 Используют таблицу 1 для выбора объема образца.

Таблица 1

| Фосфор, мг/дм <sup>3</sup> | Эквивалент, г/галлон | Объем, см <sup>3</sup> |
|----------------------------|----------------------|------------------------|
| 2,5—40                     | 0,01—0,15            | 1,00                   |
| 1,3—20                     | 0,005—0,075          | 2,00                   |
| 0,9—13                     | 0,0037—0,05          | 3,00                   |
| 1 или менее                | 0,0038 или менее     | 10,00                  |

### Примечания

1 При использовании 10 см<sup>3</sup> образца сжигают аликвоту 2 см<sup>3</sup> образца в тех же самых 2 г оксида цинка; дают оксиду цинка охладиться перед добавлением следующей аликвоты 2 см<sup>3</sup> бензина.

2 Для образца объемом 10 см<sup>3</sup> используют многократное добавление, используя шприц. Держат носик иглы приблизительно на 2/3 глубины слоя оксида цинка и медленно выдавливают 2 см<sup>3</sup> образца; быстрая подача образца может привести к заниженным результатам. Дают достаточное количество времени, чтобы оксид цинка поглотил бензин. Следуют процедуре по 9.6. Охлаждают чашку для прокаливания (выпаривания) до комнатной температуры. Повторяют процедуры 9.5 и 9.8, пока весь образец не будет сожжен.

## 8 Калибровка

8.1 Бюреткой или мерной пипеткой переносят 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 3,5 и 4,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора фосфорсодержащего соединения (6.7) в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая.

8.2 Добавляют пипеткой 10 см<sup>3</sup> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1 + 10) (6.8) в каждую мерную колбу. Перемешивают немедленно, вращая колбы вручную.

8.3 Готовят реактив молибдат-гидразин (6.5). Готовят достаточный объем реактива, исходя из числа испытуемых образцов.

8.4 Переносят пипеткой 50 см<sup>3</sup> реактива молибдат-гидразина в каждую мерную колбу. Немедленно перемешивают, вращая колбу вручную.

8.5 Доводят водой до метки.

8.6 Содержимое каждой колбы хорошо перемешивают и колбу помещают в баню, поддерживающую постоянную температуру, чтобы уровень содержимого находился ниже уровня бани. Поддерживают температуру бани от 82,2 °С до 87,8 °С в течение 25 мин.

**П р и м е ч а н и е** — Если температура горячей водяной бани падает ниже 82,2 °С, то проявление цвета в этих условиях не сможет завершиться.

8.7 Переносят колбу в охлаждающую баню и быстро охлаждают содержимое до комнатной температуры. Не позволяют охладиться образцу более чем на 2,8 °С ниже комнатной температуры.

**П р и м е ч а н и е** — Помещают чистый термометр в одну из колб, чтобы проверить температуру.

8.8 После охлаждения колб до комнатной температуры вынимают их из охлаждающей водяной бани и оставляют на 10 мин при комнатной температуре.

8.9 Используя 2,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора фосфорсодержащего соединения в ячейке размером 5 см, определяют длину волны в области поглощения около 820 нм, при которой наблюдается максимум поглощения. Длина волны, дающая максимум поглощения, не должна превышать 830 нм.

8.9.1 Используя фотоэлемент, чувствительный к красному цвету, и ячейку размером 5 см, корректируют спектрофотометр на нулевое поглощение при длине волны, соответствующей максимуму поглощения, используя дистиллированную воду. Если используют двулучевой спектрофотометр, помещают дистиллированную воду в обе ячейки. Используют длину волны, соответствующую максимуму поглощения, при определении показаний калибровки и будущих показаний образца.

8.9.2 Допустимо использование ячеек размером 1 см для более высоких значений содержания фосфора.

8.10 Измеряют спектральную поглощающую способность каждого калибровочного образца, включая холостой (0,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора фосфорсодержащего соединения), при длине волны, соответствующей максимуму поглощения с дистиллированной водой в ячейке сравнения. Следует соблюдать осторожность, чтобы избежать возможного загрязнения. Если спектральная поглощающая способность холостого опыта превышает 0,04 (для ячейки размером 5 см), проверяют источник загрязнения. Результаты следует признать недействительными и повторить испытание со свежими реактивами в чистой стеклянной посуде.

8.11 Корректируют спектральную поглощающую способность каждого стандартного раствора вычитанием поглощения холостого опыта (0,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора фосфорсодержащего соединения).

8.12 Строят кривую калибровки в координатах: скорректированная спектральная поглощающая способность каждого стандартного раствора — содержание фосфора, микрограммы. Один кубический сантиметр стандартного раствора фосфорсодержащего соединения содержит 10 мкг фосфора.

## 9 Проведение испытания

9.1 Перед использованием всю стеклянную посуду моют свободной от примесей кислотой или моющим средством, не содержащим коммерческих моющих средств. Эти составы часто содержат щелочные фосфаты, которые прочно адсорбируются стеклянными поверхностями и не удаляются обычным ополаскиванием. Желательно изначально отобрать специальную стеклянную посуду для определения фосфора.

9.2 Следует соблюдать обычные меры предосторожности при чистке и проведении процедур для предотвращения загрязнения, чтобы получить удовлетворительную точность результатов испытания при малых содержаниях фосфора.

9.3 Переносят ( $2 \pm 0,2$ ) г оксида цинка, насыпая его в виде горки в чистую, сухую чашку для прокаливания.

9.4 Делают углубление в центре насыпанного горкой оксида цинка подходящим стержнем (стержнем мешалки).

9.5 Отбирают пипеткой образец бензина (7.2, таблица 1) в углубление в порошке оксида цинка, сделанное по 9.4.

**Предупреждение** — В дополнение к другим предосторожностям следует охладить чашку для прокаливания перед добавлением дополнительных аликвот бензина, чтобы избежать воспламенения. Записывают температуру топлива, если содержание фосфора необходимо знать при температуре  $15,6\text{ }^{\circ}\text{C}$ , и делают корректировку в соответствии с 10.2.

**Примечание** — Для  $10\text{ см}^3$  образца используют многократное добавление и шприц. Держат кончики иглы приблизительно на  $2/3$  глубины слоя оксида цинка и медленно выдавливают  $2\text{ см}^3$  образца; быстрая подача образца может привести к низким результатам. Ждут достаточное количество времени, чтобы оксид цинка поглотил бензин. Следуют процедуре 9.6. Охлаждают чашку до комнатной температуры. Повторяют процедуры по 9.5 и 9.8, пока весь образец не будет сожжен.

9.6 Засыпают образец небольшим количеством свежего оксида цинка из бутылки для реактива (используют верхний край маленького шпателя, чтобы порция составляла приблизительно  $0,2\text{ г}$ ). Слегка постукивая по сторонам чашки для прокаливания, уплотняют оксид цинка.

9.7 Готовят холостой опыт, используя то же самое количество оксида цинка в чашке для прокаливания.

9.8 Поджигают бензин, используя пламя от горелки Бунзена. Дают бензину полностью сгореть.

9.9 Помещают чашки для прокаливания с образцом и холостым образцом в горячую муфельную печь с температурой от  $621\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $704\text{ }^{\circ}\text{C}$  на 10 мин. Извлекают и охлаждают чашки для прокаливания. Когда края чашек для прокаливания достаточно охладятся, извлекают оксид цинка. Снова помещают чашки в муфельную печь на 5 мин. Извлекают и охлаждают чашки для прокаливания до комнатной температуры. Вышеупомянутой обработки обычно достаточно, чтобы сжечь сажу. Если сажа от прокаливания полностью не сгорела, помещают чашку в печь на дополнительные периоды прокаливания по 5 мин.

**Примечание** — Процедура по 9.9 может быть завершена при нагревании чашки для прокаливания горелкой Meeker при постепенном увеличении интенсивности нагрева, пока сажа на стенках чашки не сгорит полностью; после чего ее охлаждают до комнатной температуры.

9.10 В каждую чашку для прокаливания переносят пипеткой  $25\text{ см}^3\text{ H}_2\text{SO}_4$  (1 + 10), при этом тщательно смывают серной кислотой из пипетки все следы оксида цинка со стенок чашки.

9.11 Накрывают чашку для прокаливания часовым стеклом из боросиликатного стекла и нагревают чашку на горячей плитке до полного растворения оксида цинка.

9.12 Фильтруют раствор через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$ . Ополаскивают часовое стекло и чашку несколько раз дистиллированной водой (не более  $25\text{ см}^3$ ), и промывные воды фильтруют через тот же фильтр в мерную колбу.

9.13 Готовят реактив молибдат-гидразин.

9.14 Пипеткой добавляют  $50\text{ см}^3$  реактива молибдат-гидразина в каждую мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$ . Немедленно перемешивают содержимое колбы, вращая ее вручную.

9.15 Доводят содержимое колбы водой до метки и хорошо перемешивают. После перемешивания вынимают пробки из колб.

9.16 Помещают колбы вместимостью  $100\text{ см}^3$  в баню, поддерживающую постоянную температуру от  $82,2\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $87,8\text{ }^{\circ}\text{C}$ , на 25 мин так, чтобы содержимое колб было ниже уровня жидкости в бане.

9.17 Затем переносят колбы в охлаждающую баню и быстро охлаждают содержимое до комнатной температуры.

**Примечание** — Помещают химически чистый термометр в одну из колб, чтобы проверить температуру.

9.18 Перед измерением спектральной поглощающей способности образцы оставляют на некоторое время при комнатной температуре.

**Примечание** — Проявившийся цвет устойчив не менее 4 ч.

9.19 Устанавливают спектрофотометр на длину волны, соответствующую максимуму поглощения, как определено в 8.9. Настраивают спектрофотометр на нулевое поглощение, используя дистиллированную воду. Если используют двулучевой спектрофотометр, помещают дистиллированную воду в обе ячейки.



9.20 Измеряют спектральную поглощающую способность образцов при длине волны, соответствующей максимуму поглощения. Если используют двулучевой спектрофотометр, измеряют спектральную поглощающую способность образцов при длине волны, соответствующей максимуму поглощения с дистиллированной водой в ячейке сравнения.

9.21 Вычитают спектральную поглощающую способность холостого опыта из спектральной поглощающей способности каждого образца (8.10).

9.22 Определяют содержание фосфора в образце (мкг), используя кривую калибровки по 8.12 и откорректированную спектральную поглощающую способность.

## 10 Расчеты

10.1 Рассчитывают содержание фосфора в образце  $P$ , мг/дм<sup>3</sup>, по следующей формуле

$$P = P/V, \quad (1)$$

где  $P$  — содержание фосфора по кривой калибровки, мкг;

$V$  — объем образца бензина, см<sup>3</sup>.

Для перевода содержания фосфора в граммы на американский галлон образца умножают мг  $P$ /дм<sup>3</sup> на 0,0038.

10.2 Если образец бензина был взят при температуре иной, чем 15,6 °С, делают следующую температурную корректировку

$$\text{мг } P/\text{дм}^3 \text{ при } 15,6 \text{ °С} = [\text{мг } P/\text{дм}^3 \text{ при } t] [1 + 0,001 (t - 15,6)], \quad (2)$$

где  $t$  — наблюдаемая температура для бензина, °С.

10.3 Содержание фосфора менее 2,5 мг/дм<sup>3</sup> или 0,01 г/американский галлон следует записывать до ближайшего 0,01 мг/дм<sup>3</sup> или 0,0001 г/американский галлон.

10.3.1 Для более высоких значений содержания фосфора записывают результаты до ближайшего 1 мг  $P$ /дм<sup>3</sup> или 0,005 г  $P$ /американский галлон.

## 11 Контроль качества

11.1 Подтверждают работу прибора или процедуры испытания, анализируя образец контроля качества (QC образец) (6.10).

11.2 До контроля процесса измерения пользователь метода должен определить среднее значение и контрольные пределы для QC образца<sup>2), 3)</sup>.

11.3 Записывают результаты QC образца и анализируют с помощью контрольных карт или другими статистическими аналогичными приемами, чтобы установить статистическое состояние контроля испытания<sup>2), 3)</sup>. Появление любых неконтролируемых данных должно привести к необходимости исследования их причин. Результаты этого исследования могут потребовать повторную калибровку прибора.

11.4 При отсутствии четких требований настоящего метода испытания частота испытания QC образца зависит от важности измеряемого параметра, стабильности процесса испытания и требований клиента.

Как правило, QC образец анализируют каждый день в процессе испытания вместе с обычными образцами. Частота испытаний QC образца увеличивается, если анализируют большое количество образцов. Однако когда испытание находится под статистическим контролем, частота испытания QC образца может быть уменьшена.

11.5 Рекомендуются, чтобы QC образец, который регулярно контролируют, был представительным для бензина, который обычно анализируют. Поставка типового QC образца должна быть доступна в течение периода использования, и он должен сохранять однородность и устойчивость в условиях хранения. Дальнейшую работу с QC образцом и приемы использования контрольных карт следует проводить по ASTM Д 6299 и ASTM МНЛ 7<sup>2), 3)</sup>.

## 12 Прецизионность и отклонение

12.1 Прецизионность настоящего метода была получена путем статистических исследований результатов межлабораторных испытаний.

<sup>2)</sup> ASTM МНЛ 7, Руководство по представлению анализа данных контрольных карт, 6-ое изд.

<sup>3)</sup> ASTM Д 6299 (раздел 2).

**12.1.1 Повторяемость**

Расхождение между последовательными результатами определений, полученными одним и тем же исполнителем на одной и той же аппаратуре в одинаковых условиях на одном и том же испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытания, может превышать значения, приведенные в таблице 2, только в одном случае из двадцати.

Т а б л и ц а 2

| Содержание фосфора, мг/дм <sup>3</sup> | Повторяемость            |
|--|--------------------------|
| От 0,2 до 1,3                          | 0,05                     |
| Св. 1,3 до 40                          | 7 % от среднего значения |

**12.1.2 Воспроизводимость**

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами, полученными разными исполнителями, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени при нормальном и правильном выполнении данного метода, может превышать значения, приведенные в таблице 3, только в одном случае из двадцати.

Т а б л и ц а 3

| Содержание фосфора, мг/дм <sup>3</sup> | Воспроизводимость         |
|--|---------------------------|
| От 0,2 до 1,3                          | 0,13                      |
| Св. 1,3 до 40                          | 13 % от среднего значения |

**12.2 Отклонение**

Отклонение в настоящее время еще не определено, но изучается.

**Приложение А**  
**(справочное)**

**Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации  
ссылочным стандартам**

Таблица А.1

| Обозначение ссылочного стандарта   | Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта   |
|--|---|
| АСТМ Д 1193  | *   |
| АСТМ Д 4057  | ГОСТ 2517—85 «Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб»<br>ГОСТ Р 52659—2006 «Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб» |
| АСТМ Д 6299  | *   |
| АСТМ Е 832   | *   |
| * Соответствующий национальный 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. |   |

УДК 662.753.1:006.354

ОКС 75.080

Б29

ОКСТУ 0209

Ключевые слова: бензин, фосфор, спектрофотометр

Редактор *Л.И. Нахимова*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *А.С. Черноусова*  
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 12.02.2010. Подписано в печать 15.03.2010. Формат 60 × 84  $\frac{1}{8}$ . Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.  
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 166 экз. Зак. 183.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.