МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИНЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИМ ТИТРОВАНИЕМ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.521.2 : 546.815.06 : 006.354 Группа Б19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИНЫ

Метод определения содержания свинца комплексометрическим титрованием

ГОСТ 13210—72

Benzjnes. Determination of Plumbum Content by Complexometric Titration

ОКСТУ 0209

Дата введения 01.01.74

Настоящий стандарт распространяется на этилированные авиационные и автомобильные бензины и устанавливает метод определения содержания свинца.

Сущность метода заключается в разложении соединений свинца кипячением пробы с соляной кислотой до образования хлоридов свинца и последующем комплексометрическом титровании раствором динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (ди-Na-ЭДТА) в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 2875—81.

1а. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1а.1. Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 2517.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Для проведения испытания применяют аппарат по НТД;

меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770;

цилиндры 1—25, 1—50, 1—100, 3—25, 3—50, 3—100;

колбы 2—100—2, 2—1000—2;

пипетки 1—2—1; 1—2, 2—2—5, 2—2—10, 2—2—25, 2—2—50, 2—2—100 по ГОСТ 29227 (для всасывания образца и реактивов применяют резиновую грушу);

бюретки 1—2—5—0,02; 1—2—10—0,05; 1—2—25—0,05; 6—2—5 по ГОСТ 29251;

колбы типа Кн вместимостью 250 или 500 см^3 по ГОСТ 25336;

воронки ВД по ГОСТ 25336;

капельница по ГОСТ 25336;

стаканы типа В или Н вместимостью 250, 400, 600 см^3 по ГОСТ 25336;

термометры ТЛ-4 4А2, ТЛ-4 4Б2, ТЛ-5 2Б1, ТЛ-5 2Б2 или ТИН-5—3 по ГОСТ 400;

палочка стеклянная с резиновым наконечником;

электроплитка;

весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности.

Для проведения испытаний применяют следующие реактивы, х. ч.:

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации 0,1 моль/дм^3;

кислота азотная по ГОСТ 4461;

трилон Б (соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652, раствор концентрации 0,01 моль/дм^3;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217;

уротропин технический по ГОСТ 1381;

индикатор ксиленоловый оранжевый;

свинец азотнокислый по ГОСТ 4236;

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

перекись водорода по ГОСТ 177, 30 %-ный раствор;
разбавитель, топливо ТС-1 по ГОСТ 10227;
вода бидистиллированная с pH 5,4—6,6;
нефрасы.

Примечание. Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

1.2. При отсутствии аппарата для разложения применяют колбу типов К-1—250—19/26 ТС, Кн-1—500—29/32 ТС или П-1—250—29/32, П-1—500—29, П-1—500—29/32 по ГОСТ 25336 с холодильником типов ХШ-1—200—19/26, ХШ-1—300—29/32 или ХСВ по ГОСТ 25336.

Разд. 1 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Приготовление буферного раствора

50 г уротропина, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в бидистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят объем до метки.

2.2. Приготовление 0,01 М раствора азотнокислого свинца

3,312 г азотнокислого свинца, предварительно высушенного при температуре 100—105 °С до постоянной массы и взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в бидистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем до метки.

2.1, 2.2 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Приготовление смешанного индикатора

Индикатор ксиленоловый оранжевый в сухом виде тщательно растирают в ступке с азотнокислым калием в соотношении 1 : 100.

Допускается приготовление смешанного индикатора по ГОСТ 4919.1 и использование насыщенного раствора индикатора. Хранить раствор в темной склянке не более 15 сут.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Приготовление 0,01 М раствора трилона Б

3,72 г трилона Б, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в бидистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем до метки.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.5. Установление фактора трилона Б: к 20 см^3 раствора 0,01 моль/дм^3 азотнокислого свинца добавляют 5 см^3 раствора 0,01 моль/дм^3 соляной кислоты, 2 см^3 раствора уротропина и 3—5 капель насыщенного раствора или 0,08—0,10 г сухого смешанного индикатора до получения сиреневой окраски и титруют раствором трилона Б до перехода окраски в устойчивый желтый цвет.

Фактор раствора вычисляют по формуле

$$f = \frac{20}{V},$$

где 20 — объем раствора 0,01 моль/дм^3 азотнокислого свинца, см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

2.6. Перед испытанием аппарат промывают нефрасом, просушивают и наполняют испытуемым бензином.

2.5, 2.6 **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В колбу прибора через загрузочную воронку, в зависимости от предполагаемого содержания свинца, наливают бензин, предварительно охлажденный до (15 ± 0,5) °С, и разбавитель, объем которых указан в табл. 1, и 50 см^3 концентрированной соляной кислоты.

Таблица 1

Концентрация свинца, г/дм^3	Объем пробы, см^3	Объем разбавителя, см^3
До 0,2	100	50
Св. 0,2 до 0,8	50	50
» 0,8	25	75

После заполнения колбы закрывают кран загрузочной воронки и включают обогрев прибора на полную мощность до начала кипения, затем с помощью автотрансформатора регулируют нагрев так, чтобы конденсат из обратного холодильника стекал отдельными каплями.

Содержимое колбы кипятят 30 мин, после этого выключают обогрев, прибор охлаждают 10—15 мин и сливают нижний слой — экстракт солянокислого раствора хлористого свинца в стакан вместимостью 250 см³.

Затем содержимое колбы два раза обрабатывают бидистиллированной водой: в колбу приливают 50 см³ бидистиллированной воды, включают обогрев прибора на полную мощность и нагревают содержимое колбы в течение 5 мин, после этого обогрев выключают, охлаждают содержимое колбы в течение 10—15 мин и сливают нижний слой в стакан с раствором хлористого свинца.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. При отсутствии прибора, указанного в п. 1.1, разложение соединений свинца ведут в колбе с пришлифованным к ней холодильником по п. 3.1 (без разбавителя).

После 10—15-минутного охлаждения содержимое колбы переливают в делительную воронку. После расслоения жидкости нижний слой (солянокислый раствор хлористого свинца) сливают в стакан.

Бензин из делительной воронки переливают в колбу, в которой проводилось разложение, и дважды обрабатывают бидистиллированной водой по п. 3.1. Промывную воду сливают в стакан с раствором хлористого свинца.

При разногласиях, возникших в оценке качества продукции, разложение алкильных соединений свинца проводят только по п. 3.1.

3.3. Экстракт, полученный по пп. 3.1 или 3.2, осторожно упаривают на закрытой электроплитке приблизительно до 2 см³, затем окисляют его азотной кислотой и перекисью водорода. Для этого к экстракту добавляют 0,5 см³ азотной кислоты, осторожно перемешивают, добавляют 1 см³ перекиси водорода и вновь перемешивают.

После этого экстракт вновь упаривают на электроплитке до тех пор, пока не испарится последняя капля жидкости, но не допуская прокаливания сухого остатка.

Стакан с сухим остатком снимают с электроплитки, дают ему остыть и оставляют стоять под тягой в холодном месте до тех пор, пока не улетучатся все окислы азота.

Чтобы сократить время на проведение анализа, допускается после сливания экстракта в стакан поместить его на электроплитку для упаривания и каждую последующую водную вытяжку сливать в этот же стакан и продолжать упаривать до получения сухого остатка.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. В стакан с охлажденным сухим остатком добавляют 50 см³ бидистиллированной воды. Остаток растворяют, помешивая стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Если остаток полностью не растворяется, нагревают содержимое стакана до полного растворения осадка.

После охлаждения раствора добавляют 5 см³ 0,1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, 2 см³ раствора уротропина и 3—5 капель раствора или 0,08—0,10 г сухого смешанного индикатора до получения сиреневой окраски и титруют трилоном Б до перехода окраски в устойчивый желтый цвет.

Параллельно проводят контрольный опыт.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. **(Исключен, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Концентрацию свинца (C) в г/дм³ вычисляют по формуле

$$C = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 2{,}072 \cdot f}{V}, \qquad (2)$$

где V_1 — объем раствора ди-Na-ЭДТА, израсходованный на титрование, см³;

V_2 — объем раствора ди-Na-ЭДТА, израсходованный на контрольный опыт, см³;

2,072 — масса свинца, эквивалентная 1 см³ 0,01 моль/дм³ раствора ди-Na-ЭДТА, г;

f — фактор раствора ди-Na-ЭДТА;

V — объем пробы, см³.

Примечание. Для пересчета на массу свинца в граммах в 1 кг бензина необходимо полученный результат разделить на плотность испытуемого бензина, измеренную при температуре (15,0 ± 0,5) °С по ГОСТ 3900.

Массу тетраэтилсвинца (m_1) в граммах в 1 кг бензина вычисляют по формуле

$$m_1 = 1{,}561 \cdot m,$$

где m — масса свинца в 1 кг бензина;

1,561 — коэффициент пересчета свинца в тетраэтилсвинец.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое двух последовательных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3, 4.4 **(Исключены, Изм. № 2).**

5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. Сходимость

Два результата определений, полученные последовательно одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, приведенного в табл. 2.

5.2. Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, приведенного в табл. 2.

Таблица 2

г/дм³

Концентрация свинца	Сходимость	Воспроизводимость
До 0,2	0,02	0,04
Св. 0,2 до 0,8	0,04	0,08
» 0,8	0,04	0,08

Разд. 5 **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

И.Е. Жалнин; Н.П. Соснина, канд. техн. наук**З.В. Масленникова; Е.М. Никоноров,** д-р хим. наук; **В.В. Булатников,** канд.техн.наук; **Л.А. Садовникова,** канд.техн.наук; **Т.Г. Скрябина,** канд. техн. наук**Д.В. Подольская; В.А. Воротникова,** канд. хим. наук**Т.В. Еремина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 12.04.72 № 737**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13210—67**

4. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2875—81**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 177—88	1.1
ГОСТ 400—80	1.1
ГОСТ 1381—73	1.1
ГОСТ 1770—74	1.1
ГОСТ 2517—85	1а.1
ГОСТ 3118—77	1.1
ГОСТ 3900—85	4.1
ГОСТ 4217—77	1.1
ГОСТ 4236—77	1.1
ГОСТ 4461—77	1.1
ГОСТ 7518—83	1.1
ГОСТ 10227—86	1.1
ГОСТ 10652—73	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1, 1.2
ГОСТ 29227—91	1.1
ГОСТ 29251—91	1.1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г. и октябре 1989 г. (ИУС 6—83, 1—90)**

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.02.99. Подписано в печать 12.04.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,57.
Тираж 243 экз. С 2553. Зак. 335.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru