

БЕНЗИНЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИМ ТИТРОВАНИЕМ

Издание официальное

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

БЕНЗИНЫ

**Метод определения содержания свинца
комплексометрическим титрованием**

**ГОСТ
13210—72**

Benzines. 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 комплексометрическим титрованием раствором динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (ди-Na-ЭДТА) в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 2875—81.

Ia. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Ia.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 реагентов 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 см³ по ГОСТ 25336; воронки ВД по ГОСТ 25336; капельница по ГОСТ 25336; стаканы типа В или Н вместимостью 250, 400, 600 см³ 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 реагенты, х. ч.: кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации 0,1 моль/дм³; кислота азотная по ГОСТ 4461; трилон Б (соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652, раствор концентрации 0,01 моль/дм³; калий азотнокислый по ГОСТ 4217; уротропин технический по ГОСТ 1381; индикатор ксиленоловый оранжевый; свинец азотнокислый по ГОСТ 4236;

C. 2 ГОСТ 13210-72

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

П р и м е ч а н и е . 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 ходильником 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 см³ и доводят объем до метки.

2.2. Приготовление 0,01 М раствора азотокислого свинца

3,312 г азотокислого свинца, предварительно высущенного при температуре 100-105 °C до постоянной массы и взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в бидистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ 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 азотокислым 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 см³ и доводят объем до метки.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.5. Установление фактора трилона Б: к 20 см³ раствора 0,01 моль/дм³ азотокислого свинца добавляют 5 см³ раствора 0,01 моль/дм³ соляной кислоты, 2 см³ 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/дм³ азотокислого свинца, см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

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 охажденный до $(15 \pm 0,5)$ °C, и разбавитель, объем которых указан в табл. 1, и 50 см³ 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 (С) в г/дм³ вычисляют по формуле

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

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

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

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

f — фактор раствора ди-На-ЭДТА;

V — объем пробы, см³.

П р и м е ч а н и е. 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 тетраэтилевинида (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 тетраэтилевинид.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

С. 4 ГОСТ 13210—72

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. Жалини; Н.П. Соснина, канд. техн. наук З.В. Масленикова; 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	1a.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. Золотарёва*

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
Пар № 080102