МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИНЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 665.633:546.815.06:006.354 Группа Б19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕНЗИНЫ

Метод определения свинца

Benzines. Method for determination of plumbum

ГОСТ 28828—90

МКС 75.160.20
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.01.92

Настоящий стандарт устанавливает метод определения концентрации свинца от 0,005 до 3,0 г/дм^3 в авиационных и автомобильных бензинах.

Метод заключается в экстрагировании соединений свинца раствором монохлорида йода, разрушении монохлорида йода растворами аммиака и серноватистокислого натрия и спектрофотометрическом определении свинца в виде комплекса с 4-(2-пиридил-азо-)-резорцинолом (ПАР) или с сульфарсазеном (плюмбоном).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий полосу пропускания в области 500—540 нм.

Кюветы измерительные с расстояниями между рабочими гранями 10 мм.

Пипетки исполнения 1, вместимостью 1, 2, 5, 10 см^3, 2-го класса точности по ГОСТ 29169.

Колбы исполнения 2, вместимостью 50, 100, 200, 250, 1000 см^3, 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Стаканы типа В, исполнения 1, вместимостью 100, 150, 250, 400 см^3 из термически стойкого стекла группы ТС по ГОСТ 25336.

Воронки типа ВД, вместимостью 25, 50, 100 см^3 по ГОСТ 25336.

Цилиндры исполнения 2 или 3, вместимостью 25, 50, 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Склянки из темного стекла.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности по ГОСТ 24104*.

Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев (105±5) °С.

Секундомер не ниже 2-го класса точности.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная, pH 5,4—6,6.

Хромовая смесь: калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, кислота серная по ГОСТ 4204, 5 %-ный раствор.

Свинец (II) азотнокислый, х. ч. по ГОСТ 4236.

Калий йодноватокислый, х. ч. по ГОСТ 4202.

Калий йодистый, х. ч. по ГОСТ 4232.

Кислота азотная, х. ч. по ГОСТ 4461.

Кислота соляная, х. ч. по ГОСТ 3118 или ос. ч. по ГОСТ 14261.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный, ч. д. а., по ГОСТ 27068.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1990
© ИПК Издательство стандартов, 2003

Сульфарсазен (плюмбон), ч. д. а.

4-(2-пиридил-азо)-резорцинол-индикатор (ПАР).

Воронка типа В по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные «белая лента».

Толуол по ГОСТ 5789, ч. д. а. или толуол нефтяной по ГОСТ 14710.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, х. ч. или ч. д. а., 1 %-ный раствор.

Электроплитка.

Допускается применять аналогичные средства измерения, реактивы и аппаратуру по классу точности не ниже предусмотренных стандартом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Стеклянную лабораторную посуду, используемую при испытании, обрабатывают хромовой смесью, промывают горячей и холодной водой. Затем промывают дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу.

2.2. Растворы для построения градуировочной кривой и проведения испытания готовят в соответствии с приложением.

2.3. Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр подготавливают согласно инструкции по эксплуатации.

2.4. Кюветы промывают дистиллированной водой, затем спиртом и сушат на воздухе, заполняют дистиллированной водой и измеряют для каждой кюветы величину поглощения относительно воздуха.

Две кюветы спектрофотометра считают пригодными для работы в паре, если разность измеряемых величин не превышает 0,02.

При последующих измерениях кюветы промывают дистиллированной водой, затем спиртом.

2.5. Для построения градуировочной кривой в пять стаканов вместимостью 100 $см^3$ вносят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ раствора № 1 (см. приложение), что соответствует 0,0001, 0,0002, 0,0003, 0,0004, 0,0005 г свинца. Шестой стакан используют для контрольного опыта. Затем в каждый стакан последовательно добавляют по 5 $см^3$ раствора монохлорида йода (раствор № 2), 10 $см^3$ водного раствора аммиака (раствор № 3), при этом выпадает густой черный осадок; по каплям, при постоянном перемешивании, вводят 5—10 $см^3$ раствора тиосульфата натрия (раствор № 4) до полного растворения осадка и обесцвечивания раствора.

Образование легкой мути свидетельствует о загрязненности посуды, в этом случае испытание повторяют.

Полученный бесцветный раствор из стаканов переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, ополаскивают каждый стакан дистиллированной водой 5—6 $см^3$ и переносят ее в соответствующие колбы, добавляют пипеткой 5 $см^3$ раствора плюмбона (раствор № 5) или 5 $см^3$ раствора ПАР — (раствор № 6). Перемешивают содержимое мерных колб в течение 30 с и доводят их объем дистиллированной водой до метки, после чего полученные растворы выдерживают 3—5 мин.

Комплекс устойчив более 3 ч.

2.6. В приготовленных по п. 2.5 растворах спектрофотометрически определяют свинец в виде комплекса с 4-(2-пиридил-азо)-резорцинолом (ПАР), измеряя оптическую плотность при длине волны 520 нм, либо с сульфарсазеном (плюмбоном), измеряя оптическую плотность при длине волны 500 нм, или фотоколориметрически в области длин волн 500—540 нм. Определение проводят в кюветах, подготовленных по п. 2.4, относительно контрольной пробы.

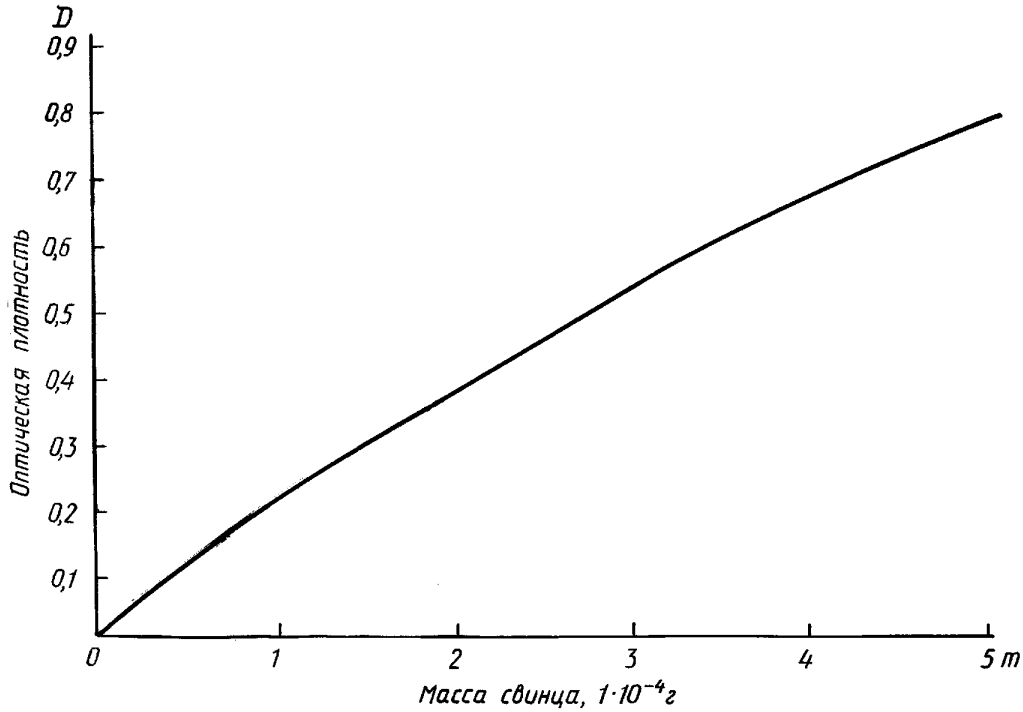
Фотометрирование проводят два раза для каждого раствора.

Если разность между последовательно измеренными значениями оптических плотностей (D) не превышает 10 % относительно большего значения, то находят среднее арифметическое полученных значений для каждого раствора.

По полученным данным строят градуировочную кривую зависимости оптической плотности от массы свинца.

На черт. 1 в качестве примера приведена градуировочная кривая, полученная на приборе СФ-46 с индикатором сульфарсазеном. Периодичность проверки градуировочной кривой не реже одного раза в 2 мес.

При замене партий реактивов и после ремонта прибора градуировочную кривую строят заново.



Черт. 1

2.7. Пробу бензина отбирают в соответствии с ГОСТ 2517.

Если бензин содержит монометиланилин (АДА — антидетонационная добавка), пробу предварительно промывают 1 %-ным раствором щавелевой кислоты.

Пробу бензина, взятую в соответствии с табл. 1, вносят пипеткой в делительную воронку, добавляют равный объем 1 %-ного раствора щавелевой кислоты, встряхивают смесь в течение 2 мин и сливают нижний слой.

Процедуру промывки повторяют еще четыре раза такими же количествами раствора щавелевой кислоты.

Для удаления следов щавелевой кислоты бензин промывают не менее двух раз равными объемами дистиллированной воды до получения нейтральной реакции среды.

Таблица 1

Предполагаемая концентрация свинца, г/дм^3	Объем пробы бензина, см^3	Объем раствора щавелевой кислоты, см^3	Объем дистиллированной воды, см^3
До 0,005	60	60 × 5	60 × 2
Св. 0,005 до 0,01 включ.	15	15 × 5	15 × 2
» 0,01 » 0,05 »	10	10 × 5	10 × 2
» 0,05 » 3,0 »	5	5 × 5	5 × 2

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Пробу анализируемого бензина, взятую в соответствии с табл. 2, вносят пипеткой в делительную воронку, содержащую 5 см^3 раствора монохлорида йода (раствор № 2, см. приложение), и встряхивают смесь в течение 3 мин.

Таблица 2

Концентрация свинца, г/дм^3	Объем испытуемого бензина, см^3
До 0,005	50,0*
Св. 0,005 до 0,010	10,0
» 0,010 до 0,050	5,0
» 0,050 до 0,15	2,0
» 0,15 до 0,50	0,5
» 0,5 до 1,5	0,2
» 1,5 до 3,0	0,1

* Объем испытуемого бензина, равный 50 см^3, удобнее обрабатывать монохлоридом йода (встряхивание в течение 3 мин) в мерной колбе с притертой пробкой вместимостью 200—250 см^3, после чего содержимое колбы переносят в делительную воронку, ополаскивают колбу дистиллированной водой и добавляют ее к содержимому воронки, далее проводят анализ, как описано ниже.

Смесь должна разделиться на два слоя, если этого не произошло, следует добавить 5 см^3 дистиллированной воды, слегка взболтать содержимое воронки и дать слоям разделиться. Нижний слой (экстрагент) должен иметь насыщенный желтый или оранжевый цвет; если цвет раствора бледно-желтый или бесцветный, экстракцию повторяют 5 см^3 раствора монохлорида йода до достижения нужной окраски исследуемого раствора.

Если при экстракции свинца монохлоридом йода происходит осмоление бензина, необходимо объем испытуемого бензина, вновь взятого для анализа, разбавить толуолом в соотношении 1:3 или 1:5.

3.2. После разделения слоев нижний анализируемый слой переносят в стакан вместимостью 100 см^3. К содержимому делительной воронки добавляют 2 см^3 дистиллированной воды, смесь встряхивают 1—2 мин и переносят нижний слой в стакан с анализируемым раствором (экстрактом).

Повторяют промывку 2—3 раза до получения бесцветного нижнего слоя.

Если в анализируемом растворе присутствуют твердые частицы (продукты осмоления непредельных углеводородов), мешающие проведению испытания, их отфильтровывают, фильтр промывают 5 см^3 дистиллированной воды, промывные воды соединяют с анализируемым раствором.

Стакан с анализируемым раствором (экстракт с промывными водами) ставят на горячую плитку, кипятят 1 мин для завершения разложения органических соединений свинца и охлаждают содержимое стакана.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. В стакан с анализируемым раствором добавляют 10 см^3 водного раствора аммиака (раствор № 3, см. приложение), при этом выпадает густой черный осадок; при постоянном перемешивании по каплям вводят 5—10 см^3 раствора тиосульфата натрия концентрации 100 г/дм^3 (раствор № 4) до полного растворения осадка и обесцвечивания анализируемого раствора.

Если при добавлении раствора аммиака черный осадок не выпадает, то и в этом случае в анализируемый раствор добавляют 3—5 капель раствора тиосульфата натрия и продолжают испытание.

3.4. Раствор из стакана переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, ополаскивают стакан дистиллированной водой, которую сливают также в мерную колбу.

Добавляют пипеткой 5 см^3 раствора сульфарсазена (раствор № 5) или 5 см^3 раствора ПАР (раствор № 6). Перемешивают содержимое мерной колбы в течение 30 с и доводят ее объем дистиллированной водой до метки. Полученный раствор выдерживают 3—5 мин.

Фотометрирование проводят в соответствии с п. 2.6 относительно контрольной пробы, в которую входят все реактивы, кроме содержащих свинец.

По градуировочной кривой находят массу свинца в испытуемом растворе в граммах.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Концентрацию свинца (C), г/дм^3, в испытуемом бензине вычисляют по формуле

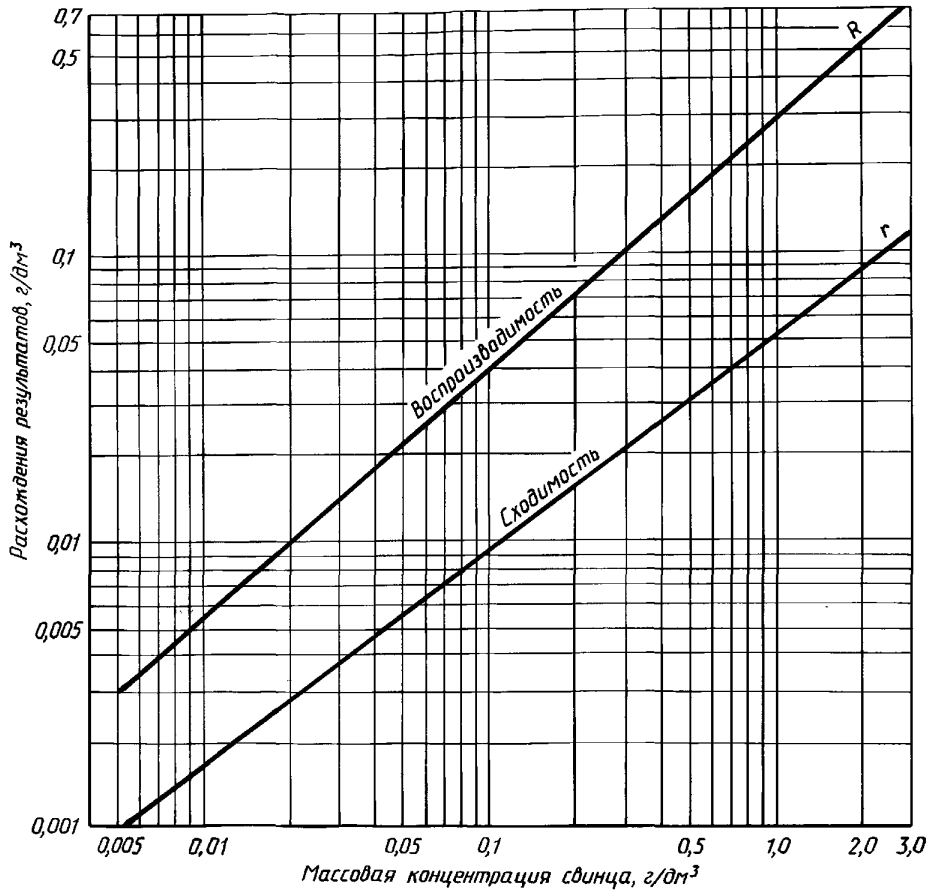
$$C = 1000 \cdot \frac{m}{V},$$

где m — масса свинца, найденная по градуировочной кривой, г;

V — объем бензина, взятый для анализа, см^3.

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое двух определений, если расхождение между ними не превышает величину сходимости (черт. 2).

4.3. Концентрацию свинца менее 0,005 г/дм^3 оценивают как отсутствие свинца.



Черт. 2

4.4. Для контроля правильности результатов определения рекомендуется использовать стандартный образец СБ-1 (ОСО 53—89) и СБ-2 (ОСО 159—90) в соответствии с инструкцией по применению.

5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. Сходимость

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

5.2. Воспроизводимость

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

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

Приготовление растворов для построения градуировочной кривой и проведения испытания

Наименование раствора	Применяемые реактивы, растворители	Способ приготовления	Срок хранения
РАСТВОР А массовой концентрации по азотнокислому свинцу II 1 мг/см^3	Свинец азотнокислый (высушенный до постоянной массы при температуре (105±5) °С по ГОСТ 4212); кислота азотная, концентрированная; вода дистиллированная	В мерной колбе вместимостью 1000 см3 растворяют в воде 1 см^3 азотной кислоты и (1,600±0,005) г азотнокислого свинца и доводят объем дистиллированной водой до метки	1 г
РАСТВОР № 1 массовой концентрации по азотнокислому свинцу 0,1 мг/см^3	РАСТВОР А, вода дистиллированная	10 см^3 раствора А доводят дистиллированной водой до метки в мерной колбе вместимостью 100 см^3	1 мес
РАСТВОР № 2 монохлорид йода концентрации 1 моль/дм^3	Йодистый калий, соляная кислота концентрированная, йодноватокислый калий, вода дистиллированная	В стакан вместимостью 400 см3 помещают (22,5±0,5) г йодистого калия, взвешенного с точностью 0,1 г, добавляют 90 см^3 дистиллированной воды и осторожно приливают 90 см^3 концентрированной соляной кислоты, охлаждают раствор до температуры окружающей среды. К раствору добавляют (15,0±0,5) г йодноватокислого калия и перемешивают до образования прозрачного оранжевого раствора. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают	3 мес
РАСТВОР № 3 аммиак водный	Аммиак водный концентрированный; вода дистиллированная	Смешивают 1 объем аммиака и 1 объем воды	Готовят перед испытанием
РАСТВОР № 4 натрия тиосульфат массовой концентрации 100 г/дм^3	Натрия тиосульфат, вода дистиллированная	10 г натрия тиосульфата растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой	7 сут в склянке из темного стекла
РАСТВОР № 5 сульфарсазен (плюмбон) массовой концентрации 1 г/дм^3	Сульфарсазен, раствор № 3, вода дистиллированная	В мерную колбу вместимостью 1000 см3 помещают 1 г сульфарсазена, 700 см^3 воды, 7 см^3 раствора № 3, доводят дистиллированной водой до метки	15 сут в склянке из темного стекла
РАСТВОР № 6 4-(2-пиридил-азо)-резорцинол (ПАР) массовой концентрации 0,250 г/дм^3	ПАР, аммиак водный концентрированный, вода дистиллированная	В мерную колбу вместимостью 1000 см3 помещают (0,250±0,005) г ПАР, 700 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 аммиака водного концентрированного и доводят водой до метки	3 мес в склянке из темного стекла

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР**
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.12.90 № 3449**
   Изменение № 1 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 10 от 04.10.96)
   За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**
4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 1770—74	Разд. 1	ГОСТ 4461—77	Разд. 1
ГОСТ 2517—85	2.7	ГОСТ 5789—78	»
ГОСТ 3118—77	Разд. 1	ГОСТ 14261—77	»
ГОСТ 3760—79	Разд. 1	ГОСТ 14710—78	»
ГОСТ 4202—75	»	ГОСТ 18300—87	»
ГОСТ 4204—77	»	ГОСТ 22180—76	»
ГОСТ 4212—76	Приложение	ГОСТ 24104—88	»
ГОСТ 4220—75	Разд. 1	ГОСТ 25336—82	»
ГОСТ 4232—74	»	ГОСТ 27068—86	»
ГОСТ 4236—77	»	ГОСТ 29169—91	»

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**
6. **ИЗДАНИЕ (февраль 2003 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1997 г. (ИУС 5—97)**

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 05.03.2003. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 85 экз. С9889. Зак. 204.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102