МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# БЕНЗИНЫ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИМ ТИТРОВАНИЕМ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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 см$^3$.

Затем содержимое колбы два раза обрабатывают бидистиллированной водой: в колбу приливают 50 см$^3$ 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 см$^3$, затем окисляют его азотной кислотой и перекисью водорода. Для этого к экстракту добавляют 0,5 см$^3$ азотной кислоты, осторожно перемешивают, добавляют 1 см$^3$ 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 см$^3$ 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 см$^3$ 0,1 моль/дм$^3$ раствора соляной кислоты, 2 см$^3$ 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/дм$^3$ 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, см$^3$;

$V_2$ — объем раствора ди-Na-ЭДТА, израсходованный на контрольный опыт, см$^3$;

2,072 — масса свинца, эквивалентная 1 см$^3$ 0,01 моль/дм$^3$ раствора ди-Na-ЭДТА, г;

$f$ — фактор раствора ди-Na-ЭДТА;

$V$ — объем пробы, см$^3$.

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/дм$^3$

| 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

ВВЕДЕНО-72