

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

---

## **БЕНЗИНЫ**

### **МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИМ ТИТРОВАНИЕМ**

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**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 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<sup>3</sup> по ГОСТ 25336; воронки ВД по ГОСТ 25336; капельница по ГОСТ 25336; стаканы типа В или Н вместимостью 250, 400, 600 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>; кислота азотная по ГОСТ 4461; трилон Б (соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652, раствор концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup>; 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

## С. 2 ГОСТ 13210—72

перекись водорода по ГОСТ 177, 30 %-ный раствор;  
разбавитель, топливо ТС-1 по ГОСТ 10227;  
вода бидистиллированная с рН 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 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> и доводят объем до метки.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.5. Установление фактора трилона Б: к 20 см<sup>3</sup> раствора 0,01 моль/дм<sup>3</sup> азотнокислого свинца добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора 0,01 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, 2 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> азотнокислого свинца, см<sup>3</sup>;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты.

Т а б л и ц а 1

Концентрация свинца, г/дм <sup>3</sup>	Объем пробы, см <sup>3</sup>	Объем разбавителя, см <sup>3</sup>
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<sup>3</sup>.

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

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

где  $V_1$  — объем раствора ди- $\text{Na}$ -ЭДТА, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора ди- $\text{Na}$ -ЭДТА, израсходованный на контрольный опыт, см<sup>3</sup>;

2,072 — масса свинца, эквивалентная 1 см<sup>3</sup> 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора ди- $\text{Na}$ -ЭДТА, г;

$f$  — фактор раствора ди- $\text{Na}$ -ЭДТА;

$V$  — объем пробы, см<sup>3</sup>.

Пр 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  $(15,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$  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).**