Издание официальное

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 63—62
	Бензин автомобильный МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ТЕТРАЭТИЛСВИНЦА ХРОМАТНЫМ СПОСОБОМ Automotive gasoline. Chromate method for the determination of tetraethyl lead content	Взамен ГОСТ 63—52 Группа Б19

Метод, установленный настоящим стандартом, заключается в разложении тетраэтилсвинца, содержащегося в этилированном автомобильном бензине, соляной кислотой и последующем определении содержания свинца в полученном растворе объемным хроматным способом.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на автомобильный бензин.

А. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1. При определении содержания тетраэтилсвинца в автомобильном бензине применяется следующая аппаратура и реактивы.

а) Прибор для разложения тетраэтилсвинца (см. чертеж), изготовленный из термостойкого стекла и состоящий из колбы *1* вместимостью 500 *мл*, дефлегматора *2*, пары из которого отводятся с помощью резиновой трубки в вытяжной шкаф, загрузочной воронки *3* вместимостью около 70 *мл* и нагревательной части *4* с внутренней трубкой, служащей для увеличения конвекции.

На нагревательной части делают обмотку из нихромовой проволоки диаметром 0,1 *мм* и длиной 280 *см*, которую закрывают тепловой изоляцией слоем 10—15 *мм*.

Для закрепления обмотки на нагревательной части делают 2 опорных выступа *5* и 30—32 выступа с каждой стороны, служащие в качестве промежуточных распорок.

б) Лабораторный автотрансформатор типа ЛАТР-2 для регулирования нагрева прибора для разложения тетраэтилсвинца.

в) Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—64:

цилиндры измерительные с носиком номинальной вместимостью 10, 25, 50, 100, 250 и 500 *мл*;

бюретки номинальной вместимостью 25, 50 и 100 *мл*.

Внесен Всесоюзным научно-исследовательским институтом по переработке нефти и газа и получению искусственного жидкого топлива	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 23/IV 1962 г.	Срок введения 1/I 1963 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

г) Стаканы стеклянные по ГОСТ 10394—63, номинальной вместимостью 500—600 *мл*.

д) Воронки стеклянные капельные по ГОСТ 8613—64; номинальной вместимостью 50—100 *мл*.

е) Воронки фильтрующие с пористой пластинкой тип ПС-4 по ГОСТ 9775—61.

ж) Колбы для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 10394—63, номинальной вместимостью 300—500 *мл*.

з) Колбы конические с пришлифованным горлом по ГОСТ 10394—63, номинальной вместимостью 500—750 *мл* с пришлифованной пробкой.

и) Термометры ртутные стеклянные лабораторные по ГОСТ 215—57 с ценой деления шкалы 1° С для измерения температуры от 0 до 100° С.

к) Насос вакуумный.

л) Электроплитка с закрытой спиралью.

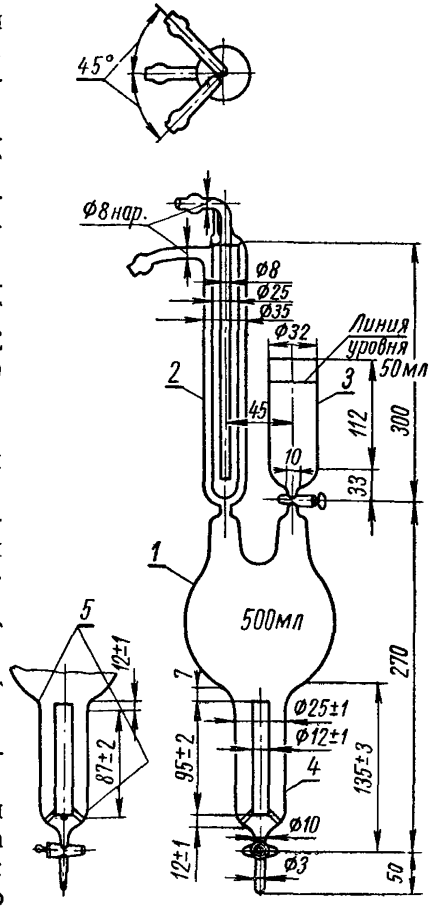
м) Палочки стеклянные длиной 150—200 *мм* с оплавленными концами и резиновым наконечником.

н) Свинец хлористый по ГОСТ 4210—48, «ч. д. а.».

о) Кислота соляная по ГОСТ 3118—46, «х. ч.» или «ч. д. а.».

п) Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

р) Индикатор смешанный. Для приготовления этого индикатора готовят отдельно два раствора: раствор *А* — 0,05 *г* метиленового синего растворяют в 50 *г* этилового спирта и раствор *Б* — 0,1 *г* метилового красного растворяют в 50 *г* этилового спирта; после приготовления растворы смешивают. Смешанный индикатор должен храниться в склянке из темного стекла.



Прибор для разложения тетраэтилсвинца.

с) Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

т) Кислота уксусная по ГОСТ 61—51, «х. ч.» или «ч. д. а.».

у) Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—65, «х. ч.» или «ч. д. а.», 5%-ный водный раствор.

ф) Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—51, «ч. д. а.», 10%-ный водный раствор.

х) Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66, «х. ч.» или «ч. д. а.».

ц) Растворитель хромата свинца. Для приготовления этого растворителя готовят отдельно два раствора: раствор *В* — 200 *мл* соляной кислоты растворяют в 350 *мл* дистиллированной воды и раствор *Г* — 300 *г* хлористого натрия растворяют в 1 *л* дистиллированной воды; растворы после приготовления смешивают.

ч) Калий йодистый по ГОСТ 4232—65, «х. ч.» или «ч. д. а.».

ш) Крахмал, 1%-ный водный раствор, свежеприготовленный.

щ) Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—66, «х. ч.» или «ч. д. а.».

э) Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66, «ч. д. а.», 0,05 н титрованный раствор, для приготовления которого навеску около 12,5 *г* препарата растворяют в темной склянке в 1 *л* дистиллированной воды, добавляют 0,5 *г* углекислого натрия, тщательно перемешивают и через 8—10 дней устанавливают титр раствора.

ю) Разбавитель, представляющий собой нефтяную фракцию прямой перегонки с йодным числом не более 2,4, у которой до температуры 205° С перегоняется около 10% и до температуры 240° С около 90% фракции.

я) Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Приготовление раствора крахмала. Для приготовления раствора 1 *г* растворимого крахмала растирают в порошок, перемешивают с небольшим количеством холодной воды и постепенно приливают в 100 *мл* кипящей дистиллированной воды; кипячение продолжают в течение 1—2 *мин* до получения почти прозрачного раствора, после чего раствор в горячем состоянии фильтруют.

При хранении в раствор крахмала рекомендуется добавлять несколько капель толуола или хлороформа.

3. Установка титра тиосульфата натрия. Титр 0,05 н раствора тиосульфата натрия устанавливают следующим образом. Навеску приблизительно 0,1 *г* предварительно перекристаллизованного и высушенного до постоянного веса при температуре 105—110° С хлористого свинца, взятую с точностью до 0,0002 *г*, переносят в стеклянный стакан, приливают 20 *мл* соляной кислоты и нагревают стакан до полного растворения навески, после чего к раствору приливают 250 *мл* дистиллированной воды. Полученный раствор нейтрализуют водным аммиаком по каплям в присутствии 8 капель смешанного индикатора до перехода фиолетовой окраски раствора в зеленую. Выпавший осадок гидрата окиси свинца растворяют, приливая

по каплям уксусную кислоту до кислой реакции раствора (до перехода зеленой окраски раствора в фиолетовую), после чего к раствору приливают еще 1 *мл* уксусной кислоты. Полученный раствор нагревают до кипения, медленно приливают 10 *мл* раствора двухромовокислого калия и кипятят в течение 10 *мин*. После этого стакан с содержимым охлаждают при температуре окружающей среды не менее 3 *ч* и отфильтровывают выпавший осадок хромовокислого свинца в фильтрующей воронке с пористой пластинкой при помощи вакуума. Фильтрацию раствора производят с большой осторожностью, избегая разбрызгивания и потерь фильтрата. Осадок в стакане и в фильтрующей воронке промывают горячей дистиллированной водой и проверяют полноту промывки добавлением нескольких капель раствора уксуснокислого свинца к 1 *мл* последней порции промывной воды. Если при этом не появляется муть, промывку считают законченной.

Промытый осадок на пористой пластинке и остатки хромовокислого свинца в стакане, в котором производилось осаждение, растворяют в 50 *мл* растворителя хромата свинца, приливая его небольшими порциями до полного растворения осадка. Затем стакан и пористую пластинку промывают несколько раз небольшими порциями холодной дистиллированной воды.

Раствор хромата свинца и промывные воды из колбы для фильтрования под вакуумом сливают в коническую колбу. Общее количество раствора должно составлять 200—250 *мл*.

К раствору в конической колбе добавляют 1 *г* йодистого калия и выделившийся йод тотчас же титруют раствором тиосульфата натрия до слабой желтой окраски, добавляют 1 *мл* раствора крахмала, колбу закрывают пришлифованной пробкой, содержимое ее перемешивают, пробку и стенки колбы промывают дистиллированной водой и продолжают титрование раствором тиосульфата натрия до исчезновения синевато-фиолетового окрашивания. Окраска не должна возвращаться в течение 30 *сек*.

Титр 0,05 н раствора тиосульфата натрия, выраженный в граммах тетраэтилсвинца на 1 *мл* (T), вычисляют по формуле:

$$T = 1{,}163\frac{G}{V},$$

где:

1,163 — отношение эквивалентов тетраэтилсвинца и хлористого свинца;

G — навеска хлористого свинца в *г*;

V — объем 0,05 н раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, в *мл*.

4. Перед анализом определяют плотность испытуемого бензина по ГОСТ 3900—47.

5. Перед отбором образца для анализа склянку с испытуемым бензином доводят до температуры 15±0,5° С.

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6. При содержании тетраэтилсвинца в испытуемом бензине 0,4 *г/кг* и более наливают через загрузочную воронку в чистый сухой прибор для разложения тетраэтилсвинца при помощи бюретки или измерительного цилиндра 50 *мм* испытуемого бензина, 50 *мл* разбавителя и 20 *мл* соляной кислоты.

При содержании тетраэтилсвинца в испытуемом бензине менее 0,4 *г/кг* в прибор для разложения тетраэтилсвинца наливают 100 *мл* испытуемого бензина, 100 *мл* разбавителя и 20 *мл* соляной кислоты.

После заполнения прибора закрывают кран загрузочной воронки и включают нагрев прибора на полную мощность до начала кипения, а затем с помощью автотрансформатора уменьшают нагрев так, чтобы конденсат из дефлегматора стекал по каплям. Кипячение содержимого колбы производят в течение 30 *мин*, после чего нагрев прибора выключают, содержимое колбы охлаждают в течение нескольких минут и сливают нижний слой (раствор хлористого свинца в соляной кислоте) в стеклянный стакан.

Затем к содержимому колбы приливают 50 *мл* дистиллированной воды, включают нагрев прибора на полную мощность и нагревают содержимое колбы в течение 5 *мин*, после чего нагрев прибора выключают, охлаждают содержимое колбы в течение нескольких минут и сливают нижний слой в стакан с раствором свинца. В колбу снова наливают 50 *мл* дистиллированной воды, нагревают содержимое колбы в течение 5 *мин* и сливают нижний слой в стакан с раствором хлористого свинца.

7. Полученный солянокислый раствор хлористого свинца нейтрализуют водным аммиаком из капельной воронки в присутствии 8 капель смешанного индикатора до перехода фиолетовой окраски раствора в зеленую и далее поступают так, как описано в п. 3 настоящего стандарта.

Г. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

8. Содержание в испытуемом бензине тетраэтилсвинца в *г* на 1 *кг* (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{V_1 T \cdot 1000}{V_2 \varrho},$$

где:

V_1 — объем 0,05 н раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, в *мл*;

T — титр 0,05 н раствора тиосульфата натрия, выраженный в граммах тетраэтилсвинца на 1 *мл*;

1000 — коэффициент для перевода миллилитров в литры;

V_2 — объем испытуемого бензина, взятый для анализа, в *мл*;

ϱ — плотность испытуемого бензина при температуре налива его в прибор в *г/см*^{3}.

9. Содержание в испытуемом бензине тетраэтилсвинца в *мл* на 1 *л* (X_2) вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{V_1 T \cdot 1000}{V_2 \cdot 1{,}65},$$

где:

V_1 — объем 0,05 н раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, в *мл*;

T — титр 0,05 н раствора тиосульфата натрия, выраженный в граммах тетраэтилсвинца на 1 *мл*;

1000 — коэффициент для перевода миллилитров в литры;

V_2 — объем испытуемого бензина, взятый для анализа, в *мл*;

1,65 — плотность тетраэтилсвинца при 15° С в *г/см*^{3}.

10. Содержание тетраэтилсвинца вычисляют как среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

11. Допускаемые расхождения для параллельных определений. Расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать следующих величин:

Содержание тетраэтилсвинца	Допускаемые расхождения
До 0,5 *г/кг* вкл.	7% от среднего арифметического
Более 0,5 *г/кг*	5% » » »

Замена

ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 8534—57 и ГОСТ 6236—58 в части стаканов и колб.
ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—59.
ГОСТ 8613—64 введен взамен ГОСТ 8613—57.
ГОСТ 3760—64 введен взамен ГОСТ 3760—47.
ГОСТ 4220—65 введен взамен ГОСТ 4220—48.
ГОСТ 4233—66 введен взамен ГОСТ 4233—48.
ГОСТ 4232—65 введен взамен ГОСТ 4232—48.
ГОСТ 5962—67 введен взамен ГОСТ 5962—51.
ГОСТ 4215—66 введен взамен ГОСТ 4215—48.
ГОСТ 84—66 введен взамен ГОСТ 84—41.