Группа Б39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СМАЗКИ ПЛАСТИЧНЫЕ

Метод определения свободных щелочей и свободных органических кислот

ГОСТ 6707—76

Lubricating greases.
Method for determination of free alkalies and free organic acids

Взамен ГОСТ 6707—57

МКС 75.100
ОКСТУ 0254

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10 мая 1976 г. № 1119 дата введения установлена

01.01.77

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт распространяется на пластичные смазки, загущенные мылами, и устанавливает метод определения содержания свободных щелочей и свободных органических кислот.

Сущность метода заключается в растворении смазки в спиртобензиновой смеси и титровании ее кислотой или щелочью в присутствии фенолфталеина.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. При определении содержания свободных щелочей и свободных органических кислот применяют:

колбу $К_{и}$-1—250—24/29 ТХС и переход П1—1—24/29—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82 или колбу $К_{и}$-1—250—29/32 ТХС и переход П1—1—29/32—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82;

выпарительные чашки 1—6 вместимостью 25, 50, 100, 150, 250, 450 $см^3$ и стаканы 1—6 вместимостью 25, 50, 150, 250, 400, 600 $см^3$ по ГОСТ 9147—80;

цилиндры по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25, 50 и 100 $см^3$;

бюретки 1—2—25—0,1 или 2—2—25—0,1 и бюретки 6—2—2 по ГОСТ 29251—91;

электроплитку с закрытой спиралью или водяную баню;

холодильник типа ХПТ по ГОСТ 25336—82 или стеклянную трубку длиной 700—750 мм; диаметром 5—6 мм, или стеклянную трубку длиной 1000—1100 мм, диаметром 8—10 мм;

шпатель;

бензин легкий прямой перегонки с концом кипения не выше 180 °С, не содержащий тетраэтилсвинца;

спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300—87, 60 %-ный раствор: для приготовления раствора спирта к 7,5 объемам спирта приливают 3,5 объема дистиллированной воды;

гидроокиси калия по ГОСТ 24363—80, х. ч. или ч. д. а., титрованный спиртовой раствор 0,1 моль/$дм^3$;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, х. ч. или ч. д. а., титрованный раствор 0,1 моль/$дм^3$;

фенолфталеин по НТД, 1 %-ный спиртовой раствор;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

весы лабораторные ВЛКТ-500 или другие, 4-го класса точности с пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104—88*.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в январе 1984 г., марте 1986 г. (ИУС 5—84, 6—86).

gost.e-ecolog.ru

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. С поверхности образца испытуемой смазки шпателем снимают и отбрасывают верхний слой. В нескольких местах (не менее трех) берут пробы примерно в равных количествах на расстоянии не менее 15 мм от стенок сосуда, складывают их вместе в фарфоровую чашку или стакан и тщательно перемешивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В коническую колбу помещают 2—5 г испытуемой смазки, взвешенной с погрешностью не более 0,1 г.

3.2. В другую коническую колбу наливают 30 см³ бензина и 30 см³ 60 %-ного этилового спирта, закрывают колбу пробкой со вставленным в нее холодильником и кипятят смесь 5 мин при непрерывном перемешивании.

В горячую спирто-бензиновую смесь добавляют 3—4 капли фенолфталеина и нейтрализуют ее при непрерывном перемешивании 0,1 моль/дм³ спиртовым раствором гидроокиси калия до появления слабо-розового окрашивания.

3.3. Нейтрализованную горячую спирто-бензиновую смесь переливают в колбу с испытуемой смазкой, закрывают колбу пробкой со вставленным в нее холодильником и кипятят содержимое колбы при перемешивании до растворения смазки.

После полного растворения смазки смесь в колбе кипятят еще 5 мин, затем закрывают ватой верхний конец трубки холодильника и охлаждают смесь до комнатной температуры. Для определения свободных щелочей охлаждение не требуется.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. В колбу добавляют 3—4 капли фенолфталеина и титруют содержимое ее: при розовой окраске спирто-водного слоя — 0,1 моль/дм³ раствором соляной кислоты до исчезновения окраски; при отсутствии окраски спирто-водного слоя 0,1 моль/дм³ спиртовым раствором гидроокиси калия до появления слабо-розового окрашивания.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свободных щелочей в пересчете на гидроокиси натрия (X) в процентах по массе вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}0040}{m} \cdot 100,$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см³;

0,0040 — количество гидроокиси натрия, соответствующее 1 см³ точно 0,1 моль/дм³ раствора соляной кислоты, г;

m — масса испытуемой смазки, г.

4.2. Массовая доля в смазке свободных щелочей до 0,02 % оценивается как отсутствие свободных щелочей.

4.3. Массовую долю свободных органических кислот (X_1), выраженную в мг KOH на 1 г смазки, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0{,}00561 \cdot 1000}{m},$$

где V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см³;

0,00561 — титр 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси калия;

1000 — коэффициент для пересчета г на мг;

m — масса испытуемой смазки, г.

4.4. Массовую долю свободных органических кислот в пересчете на олеиновую кислоту (X_2) в процентах по массе вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 0{,}02825}{m} \cdot 100,$$

где V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см³;

0,02825 — количество олеиновой кислоты, соответствующее 1 см³ точно 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси калия, г;

m — масса испытуемой смазки, г.

4.5. Массовая доля свободных органических кислот до 0,02 мг КОН на 1 г смазки или 0,01 % оценивается как отсутствие в смазке свободных органических кислот.

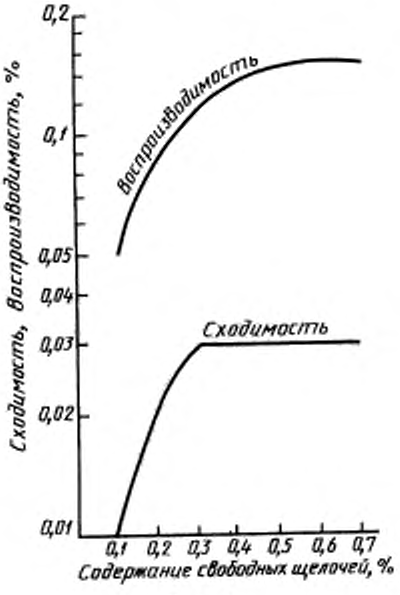
4.6. За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

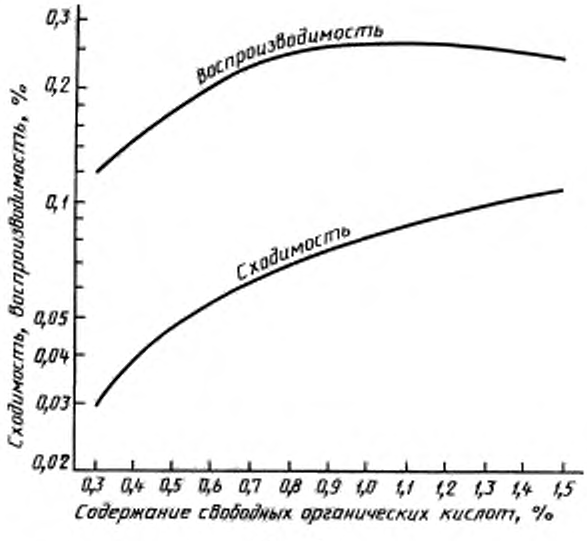
5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА ИСПЫТАНИЙ

5.1. Сходимость метода

Два результата испытаний, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, определенных по черт. 1 и 2 для большего результата.



Черт. 1



Черт. 2

5.2. Воспроизводимость метода

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, определенных по черт. 1 и 2 для большего результата.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru