МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32323— 2013

СМАЗКИ ПЛАСТИЧНЫЕ

Методы испытаний

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2013 г. № 59-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 680-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32323—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D128—08 «Стандартные методы для анализа пластичной смазки» («Standard test methods for analysis of lubricating grease», IDT).

Стандарт разработан комитетом по стандартизации ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы», непосредственную ответственность за метод несет подкомитет D02.GO.01 «Химические и основные лабораторные испытания».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования стандарта ASTM для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Назначение и применение методов . . . 4
5 Реактивы и материалы . . . 4
6 Образец для проведения испытания . . . 7
Определение зольности . . . 7
7 Общие положения . . . 7
8 Экспресс-метод . . . 7
9 Альтернативный метод . . . 7
10 Качественная оценка . . . 8
11 Количественная оценка . . . 8
Нерастворимые, мыло, жир, минеральное масло и неомыляемые вещества . . . 8
12 Выбор метода испытания . . . 8
Метод I . . . 10
13 Нерастворимые . . . 10
14 Мыло . . . 11
15 Вычисление и оформление результатов . . . 12
16 Глицерин (качественный анализ) . . . 13
17 Жир . . . 13
18 Нефтяное масло . . . 14
Метод II . . . 14
19 Темные пластичные смазки . . . 14
20 Битумы и смолистые вещества . . . 14
Свободная щелочь и свободная кислота . . . 14
21 Свободная щелочь . . . 14
22 Нерастворимые карбонаты . . . 15
23 Свободная кислота . . . 15
Вода . . . 15
24 Метод определения . . . 15
Глицерин (количественное определение) . . . 15
25 Область распространения . . . 15
26 Сущность метода . . . 15
Определение свободного глицерина . . . 16
27 Проведение испытания . . . 16
Определение общего глицерина (свободного и связанного) . . . 16
28 Проведение испытания . . . 16
29 Обработка результатов . . . 17
30 Прецизионность и смещение . . . 17
Приложение X1 (справочное) Дополнительный метод испытания пластичных смазок . . . 18
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам . . . 20

75 ДОБЫЧА И ПЕРЕРАБОТКА НЕФТИ, ГАЗА И СМЕЖНЫЕ ПРОИЗВОДСТВА

МКС 75.080

Поправка к ГОСТ 32323—2013 Смазки пластичные. Методы испытаний (Издание, сентябрь 2019 г.)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Стр. 1	**Дата введения — 2018—10—01**	**Дата введения — 2015—01—01**

(ИУС № 2 2020 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СМАЗКИ ПЛАСТИЧНЫЕ

Методы испытаний

Lubricating greases. Test methods

Дата введения — 2018—10—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на пластичные смазки, состоящие в основном из нефтяного масла и мыла, и устанавливает методы их испытаний. При испытании определяют мыло, неомыляемые вещества (нефтяные масла и др.), воду, свободную щелочь, свободную жирную кислоту, жир, глицерин и нерастворимые вещества.

Примечание 1 — Опытный аналитик, работающий со смазочными материалами, может самостоятельно выбирать последовательность выполнения операций при использовании любого метода.

1.2 В приложении X1 описан дополнительный метод испытания пластичных смазок, содержащих загустители, которые практически не растворяются в *н*-гексане, а также смазок, которые невозможно анализировать обычными методами из-за наличия ненефтяных жидкостей и/или немыльных загустителей. Эти компоненты могут вступать в реакцию с сильной кислотой или растворами щелочей.

1.3 Методы изложены в следующей последовательности:

метод определения	раздел
зольности	7—11
нерастворимых, мыла, жира, нефтяного масла и неомыляемых веществ	12—20
свободной щелочи и свободной кислоты	21—23
воды	24
глицерина (количественное определение)	25—29

1.4 Значения в единицах СИ являются стандартными.

1.5 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)[1)].

ASTM D 95, Test method for water in petroleum products and bituminous materials by distillation (Метод определения воды в нефтепродуктах и битуминозных материалах дистилляцией)

ASTM D 156, Test method for saybolt color of petroleum products (Saybolt chromometer method) [Метод определения цвета нефтепродуктов по Сейболту (колориметрический метод Сейболта)]

---

1) Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM www.asgost.e-ecolog.ru поддержки клиентов ASTM: gost.e-ecolog.ru информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

Издание официальное

ASTM D 217, Test methods for cone penetration of lubricating grease (Методы определения пенетрации пластической смазки конусом)

ASTM D 445, Test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids (and calculation of dynamic viscosity) [Метод определения кинематической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей (и расчет динамической вязкости)]

ASTM D 473, Test method for sediment in crude oils and fuel oils by the extraction method (Метод определения осадка в сырых нефтях и котельных топливах методом экстракции)

ASTM D 804, Terminology relating to naval stores, including tall oil and related products (Терминология, относящаяся к флотским запасам, включая талловое масло и родственные продукты)

ASTM D 1078, Test method for distillation range of volatile organic liquids (Метод определения фракционного состава летучих органических жидкостей)

ASTM D 1193, Specification for reagent water (Спецификация на реактив воду)

ASTM D 1353, Test method for nonvolatile matter in volatile solvent for use in paint, varnish, lacquer and related products (Метод определения нелетучих веществ в летучих растворителях, применяемых в красках, лаках и родственных продуктах)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Определения:

3.1.1 **нефтяной битум** (asphalt): Вяжущий материал от темно-коричневого до черного цвета, в котором преобладающим компонентом является битум.

3.1.1.1 Пояснение

Нефтяным битумом может быть природный продукт или материал, полученный при переработке нефти.

3.1.2 **свечной пек** (candle pitch): Дегтеобразное или твердое вещество от темно-коричневого до черного цвета, являющееся побочным продуктом при производстве мыла, переработке растительного масла, переработке шерстного жира или отходов переработки животного жира.

3.1.3 **солидол** (cup grease): Пластичная смазка, по физическим свойствам, таким как консистенция и текстура, пригодная для применения в цепных и винтовых передачах.

3.1.3.1 Пояснение

Эти пластичные смазки являются преимущественно кальциевыми смазками номеров 3 или 4 по классификации NLGI, допускается использовать другие смазки.

3.1.4 **необработанный шерстный жир** (шерстный жир, ланолин, шерстный воск) [degras (wool fat, wool grease, wool wax)]: Жироподобное вещество, включающее в основном стиролы, другие высшие спирты, жирные кислоты, полученное при экстракции растворителем овечьей шерсти.

3.1.5 **свободная щелочь в пластичной смазке** (free alkali in lubricating grease): Основное (щелочное) вещество, присутствующее в пластичной смазке, не вступающее в реакцию.

3.1.5.1 Пояснение

Многие пластичные смазки изготовлены с небольшим избытком щелочи для обеспечения полного омыления. Свободная щелочь определяется подкислением образцов, разжиженных растворителем, и обратным титрованием стандартизованной спиртовой гидроокисью калия. Содержание выражают в процентах по массе преобладающей щелочи от общей массы композиции смазки [например, гидроксид лития, % (масс.)].

3.1.6 **свободная жирная кислота в пластичной смазке** (free fatty acid in lubricating grease): Карбоновые кислоты, присутствующие в пластичной смазке, не вступающие в реакцию.

3.1.6.1 Пояснение

Некоторые пластичные смазки изготовляют с небольшим избытком карбоновой кислоты для получения нещелочного продукта. Свободную жирную кислоту определяют нейтрализацией пробы, разжиженной растворителем, стандартизованной спиртовой гидроокисью калия. Независимо от фактического состава содержание карбоновой(ых) кислоты (кислот) выражают в процентах по массе свободной олеиновой кислоты от общей массы композиции смазки.

3.1.7 **нерастворимые при анализе пластичных смазок** (insolubles in lubricating greases analisis): Вещества, остающиеся после кислотного гидролиза, экстракции водой и экстракции растворителем смазок, загущенных мылом.

3.1.7.1 Пояснение

Такими продуктами являются графит, дисульфид молибдена, нерастворимые полимеры и т. п.

3.1.8 **пластичная смазка** (lubricating grease): Продукт, имеющий состояние от полутвердого до твердого, полученный в результате дисперсии загустителя в жидком смазочном материале.

3.1.8.1 Пояснение

Определяющий термин «пластичная смазка» следует использовать всегда. Термин «смазка», используемый без определения, относится к таким разным продуктам, как природный или подвергнутый химической переработке животный жир, говяжий жир (для свечей и мыла), свиное сало (полутвердое, топленое сало, лярд) и др.

3.1.9 **смешанная основа** (mixed base): Описание системы загустителя в пластичных смазках, состоящей из смеси мыл двух металлов.

3.1.9.1 Пояснение

Несмотря на то что смазка на смешанной основе может быть изготовлена с применением в качестве загустителя смеси мыл более двух металлов, на практике такое встречается редко. Все мыла могут не быть загустителями, хотя основным мыльным компонентом будет компонент, способный образовывать структуру пластичной смазки. В смешанных основах мыла редко присутствуют в равных количествах, поэтому ссылаются на преобладающее мыло (Руководство по пластичным смазкам NLGI[2)]).

3.1.10 **монтановый воск** (montan wax): Воскоподобный материал, состоящий в основном из монтановой кислоты и ее сложного эфира, высших алифатических спиртов и смол, полученных экстракцией бурого угля растворителем.

3.1.11 **число нейтрализации нефтяного масла** (neutralization number of petroleum oil): Количество кислоты или основания, требуемое для титрования до нейтрализации и выражаемое как эквивалентное количество миллиграммов гидроокиси калия на грамм образца (ASTM D804).

3.1.12 **NLGI** (National Lubricating Grease Institute): Национальный институт смазочных материалов (США).

3.1.13 **номер NLGL** (NLGI number): Числовая шкала классификации пластичных смазок по консистенции, основанная на значении рабочей пенетрации, определяемой по ASTM D 217 (Руководство по пластичным смазкам NLGI).

3.1.14 **немыльный загуститель** (синтетический, неорганический, органический загуститель) [nonsoap thickener (synthetic, thickener, inorganic thickener, organic thickener)]: В пластичной смазке любой из нескольких синтетических или специально обработанных материалов, исключая металлические мыла, который можно механически или при нагревании смешать с жидкими смазочными материалами для образования структуры пластичной смазки (Руководство по пластичным смазкам NLGI).

3.1.15 **остаток** (residuum): Жидкий или полужидкий продукт, полученный как остаток при прямой перегонке нефти и состоящий в основном из асфальтовых углеводородов.

3.1.15.1 Пояснение

Это вещество также известно как битум, гудрон, темное нефтяное масло, тяжелые нефтяные фракции (хвостовые погоны нефти) и остаточное масло или окисленный нефтяной остаток, полученный при перегонке или крекинге нефти.

3.1.16 **смоляное масло** (rosin oil): Вязкая маслянистая жидкость, полученная как конденсат при сухой деструктивной перегонке остатка от производства скипидара.

3.1.16.1 Пояснение

Термин используют для описания специально компаундированных масел на канифольной основе.

3.1.17 **омыление** (saponification): Взаимодействие жиров, жирных кислот и сложных эфиров, обычно со щелочью, с образованием соли металла, называемой мылом.

3.1.17.1 Пояснение

Мыльные загустители наиболее часто изготовляют путем омыления базового масла при изготовлении пластичной смазки. Можно также использовать заранее приготовленные мыла; диспергирование выполняют с помощью механических средств и обычно при нагревании (Руководство по пластичным смазкам NLGI).

3.1.18 **одноосновный загуститель для пластичной смазки** (single base in lubricating grease): Загуститель, включающий мыла только одного металла.

3.1.19 **мыло для пластичной смазки** (soap in lubricating grease): Продукт, полученный при омылении (нейтрализации) жиров, жирных кислот или сложных эфиров неорганическими основаниями.

[2)] Доступно в Национальном институте пластичных смазок США NLGI, Wyandotte St., Kansas City, MO 64112-1596.

3.1.20 **аппарат Сокслета** (Soxhlet apparatus): Стеклянное устройство для извлечения растворимого вещества из смеси растворимых (обычно твердых) веществ летучим растворителем, который пропускают через образец и рециркулируют дефлегмацией.

3.1.21 **деготь** (tar): Вещество от коричневого до черного цвета, жидкое или полутвердое, состоящее в основном из битумов, получаемых при переработке угля, нефти, горючего сланца, древесины или других органических материалов.

3.1.22 **загуститель в пластичной смазке** (thickener in lubricating grease): Вещество в пластичной смазке, формирующее структуру продукта, состоящее из мелкодисперсных частиц, диспергированных в жидкости.

3.1.22.1 Пояснение

Загустители могут быть волокнистыми (такие, как металлосодержащие мыла), или пластинчатыми, или сферическими (такими, как определенные немыльные загустители), нерастворимыми или незначительно растворимыми в жидком смазочном материале. Общим требованием к ним является очень маленький размер равномерно диспергированных твердых частиц, способных образовывать относительно стабильную структуру с жидким смазочным материалом (ASTM D 217).

3.1.23 **гильза в аппарате Сокслета** (thimble in Soxhlet apparatus): Цилиндр из пористого материала с закрытым концом, изготовленный из толстой матовой фильтровальной бумаги или из керамики, используемый для удерживания экстрагируемого материала.

3.1.24 **общий жидкий структурный компонент** (total fluid constituent): При анализе пластичной смазки материал, растворимый в *н*-гексане, извлекаемый из образца пластичной смазки.

3.1.24.1 Пояснение

Типичные материалы включают нефтяное масло, ненефтяную жидкость, растворимые жиры и растворимые присадки.

3.1.25 **общий нерастворимый в *н*-гексане материал при анализе пластичной смазки** (total n-hexane-insoluble material in lubricating grease analysis): Часть смазки, исключая свободную щелочь, в основном нерастворимая в *н*-гексане.

3.1.25.1 Пояснение

Типичные материалы включают загустители, наполнители, неорганические соли, асфальтены или любые их комбинации (также включают нерастворимые материалы, обнаруженные при анализе загрязненной смазки). Содержание свободной щелочи обычно незначительно.

3.1.26 **неомыляемое вещество** (unsaponifiable matter in lubricating grease): Органические материалы, обнаруженные или добавленные с жировыми материалами, не вступающие в реакцию во время омыления.

4 Назначение и применение методов

4.1 Методы по настоящему стандарту применяют для идентификации и оценки количества некоторых компонентов пластичных смазок и используют для анализа большинства смазок.

4.2 Состав смазки не следует рассматривать как показатель, характеризующий ее эксплуатационные характеристики, если такая корреляция установлена.

Примечание 2 — Подробное описание других методов анализа пластичных смазок приведено в отчетах[3], [4], [5].

5 Реактивы и материалы

5.1 Чистота реактивов

Для испытаний следует применять реактивы квалификации ч. д. а. Если нет других указаний, реактивы должны соответствовать требованиям спецификации Комитета по аналитическим реактивам

---

[3] Stanton G.M., «Examination of grease by infrared spectroscopy», NLGI Spokesman, Vol 38, No. 5, August 1974, p. 153—165 (Исследование смазки с помощью инфракрасной спектроскопии).

[4] Stanton G.M., «Grease analysis, a modern multitechnique approach», Preprint NLGI Annual Meeting, Oct 26—29, 1975 (Анализ смазки, современный многометодовый подход).

[5] Bonomo F.S. and Schmidt J.J.E., «Development of schematic analytical procedures for synthetic lubricants and their additives», WADC Technical Report 54-464, Part IV, July 1957 (U.S. Government No. AD-130922) (Разработка схематических аналитических процедур для синтетических смазочных материалов и присадок к ним).

Американского химического общества[6]. Допускается применять реактивы другой квалификации при условии чистоты, не снижающей точность определения.

5.2 Чистота воды

Если нет других указаний, следует применять воду типа III по ASTM D1193.

5.3 Ацетон

Используют ацетон х. ч., соответствующий требованиям Американского химического общества.
Предупреждение — Чрезвычайно воспламеним. Испарения могут вызвать вспышку.

5.4 Спирт этиловый (50%-ный раствор)

Раствор спирта готовят из товарного этанола с содержанием основного вещества не менее 95 % или денатурированного спирта[7),8)] (**Предупреждение** — Воспламеняем, денатурирован, токсичен) перегонкой над NaOH и нейтрализацией NaOH или КОН с применением в качестве индикатора фенолфталеина. (**Предупреждение** — Дополнительно к другим мерам безопасности следует избегать контакта с кожей или попадания внутрь.) Разбавляют спирт водой в соотношении 1:1.

5.5 Карбонат аммония [$(NH_4)_2CO_3$]

Предупреждение — Опасен при проглатывании.

5.6 Индикатор желтый масляный (0,02 г/см^3)

Раствор п-диметиламиназобензола в толуоле.
Предупреждение — Воспламеним. Пары вредны.
Предупреждение — Канцероген. Следует избегать вдыхания или контакта с кожей.

5.7 *трет*-Бутиловый спирт с температурой плавления от 24,0 °С до 25,5 °С

Предупреждение — Огнеопасно. Жидкость вызывает раздражение (жжение) глаз.

5.8 Дисульфид углерода (CS_2)

Предупреждение — Чрезвычайно воспламеним. Яд. Испарения могут вызвать вспышку. Способен самовоспламеняться при температуре 100 °С и выше. Токсичен. При проглатывании может привести к летальному исходу. Может проникать через кожу.
Предупреждение — Чрезвычайно воспламеним. Токсичен при вдыхании. Может вызвать повреждение глаз. Действие может быть замедленным. Может образовывать опасные пероксиды. Испарения могут вызвать вспышку. Умеренно токсичен. Вызывает раздражение кожи.

5.9 Этиловый эфир

5.10 *н*-Гексан высокой степени чистоты[8),9)], соответствующий требованиям, приведенным в таблице 1.
Предупреждение — Чрезвычайно воспламеним. Токсичен при вдыхании. Может вызвать поражение нервных клеток. Испарения могут вызвать вспышку.

[6)] Химические реактивы спецификации Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия. Предложения по испытанию реактивов, не описанных Американским химическим обществом, см. в: Ежегодные стандарты по лабораторным реактивам, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., Фармакопея США и Национальный формуляр, Фармакопейная конвенция США, Inc. (USPC), Rockville, MD.

[7)] Единственным источником поставки денатурированного зернового этанола, известным комитету ASTM D02 в настоящее время, являются Формулы 1, 23-А, 30 и 35-А, описанные в публикации № 368 «Формулы для денатурированного этанола» департамента Казначейства Федеральной налоговой службы США.

[8)] Если известны альтернативные поставщики, просьба предоставить эту информацию в штаб-квартиру ASTM International. Ваши комментарии будут внимательно рассмотрены на заседании ответственного технического комитета D02, которое можно посетить.

[9)] Единственным источником поставки *н*-гексана высокой степени чистоты, известным комитету ASTM D02 в настоящее время, является Phillips Petroleum Co., Special Products Div., Bartlesville, OK, USA.

Таблица 1 — Физические показатели *н*-гексана

Наименование показателя	Значение	Метод испытания[A)]
Температура начала кипения, °С	66,1	ASTM D 1078
Температура конца кипения, °С	68,9	ASTM D 1078
Нелетучие, г/100 см^3	0,001	ASTM D 1353
Цвет по Сейболту, не более	+ 30	ASTM D 156
Реакция со щелочами	[A)]	—

[A)] Кипятят на горячей плитке смесь 125 см^3 *н*-гексана, 10 см^3 0,5 н спиртового раствора КОН и 50 см^3 нейтрального 50%-ного спирта в течение 1,5 ч. В качестве обратного холодильника используют стеклянную трубку внутренним диаметром 7 мм, длиной 750 мм. После охлаждения титруют раствор 0,5 н раствором HCl, используя в качестве индикатора фенолфталеин. На нейтрализацию должно быть израсходовано не менее 9,8 см^3 раствора 0,5 н HCl. Объем щелочи, израсходованной по данному методу, вычитают как абсолютную поправку при определении жиров в растворе Е.

5.11 Соляная кислота 37%-ная

Концентрированная кислота HCl.

Предупреждение — Яд. Коррозионно агрессивна. Может вызвать летальный исход. Жидкость и пары вызывают сильные ожоги. Токсична при вдыхании.

5.12 Соляная кислота, стандартный раствор (0,5 н)

Готовят 0,5 н раствор HCl и устанавливают его титр.

5.13 Водный раствор 10%-ной соляной кислоты (содержащий 10 % масс. концентрированной HCl с допустимым отклонением 0,5 %).

5.14 Соляная кислота, раствор (1 + 3)

Смешивают 1 объем концентрированной 37%-ной HCl с 3 объемами воды.

5.15 Раствор индикатора метилового красного

Предупреждение — Следует избегать контакта с кожей или попадания внутрь.

5.16 Раствор азотной кислоты (1 + 4)

Смешивают 1 объем концентрированной 70%-ной азотной кислоты с 4 объемами воды.

Предупреждение — Яд. Коррозионно агрессивен. Сильный окислитель. При контакте с органическим веществом может вызвать воспламенение. При проглатывании может привести к летальному исходу. Жидкость и пары вызывают сильные ожоги.

5.17 Раствор индикатора фенолфталеина

Растворяют 1,0 г фенолфталеина (**Предупреждение** — Дополнительно к другим мерам безопасности следует избегать контакта с кожей или попадания внутрь) в 50 см^3 спирта, приготовленного по 5.4, добавляют 5 см^3 воды; нейтрализуют раствор NaOH или KOH.

5.18 Бисульфат калия ($KHSO_4$)

Предупреждение — Яд. Токсичен. При проглатывании может привести к летальному исходу. Вызывает сильное раздражение или повреждение глаз. Пыль или туман могут быть токсичными.

5.19 Гидроксид калия (KOH), спиртовой раствор (0,5 н)

Готовят и устанавливают титр 0,5 н спиртового раствора гидроксида калия.

Предупреждение — Яд. Вызывает повреждение глаз и кожи.

5.20 Периодат калия (KIO_4)

Предупреждение — Может вызвать раздражение кожи и глаз. Бурно реагирует с восстанавливающими агентами.

5.21 Карбонат натрия (Na_2CO_3)

Предупреждение — Токсичен при глотании. Может вызвать раздражение кожи.

5.22 Гидроксид натрия (240 г/дм^3)

Растворяют 240 г гидроксида натрия (NaOH) (**Предупреждение** — Яд. Вызывает повреждение глаз и кожи) в воде и доводят раствор до объема 1 дм^3.

5.23 Раствор гидроксида натрия, стандартный (0,05 н)

Готовят 0,05 н раствор NaOH и устанавливают его титр.

5.24 Раствор серной кислоты (1 + 4)

Осторожно смешивают 1 объем концентрированной серной кислоты (H_2SO_4, 95%-ная) с четырьмя объемами воды.

Предупреждение — Яд. Коррозионно агрессивна. Сильный окислитель. При контакте с органическими веществами может вызвать воспламенение. При проглатывании может привести к летальному исходу. Жидкость и пары вызывают сильные ожоги. Токсична при вдыхании. При контакте с водой выделяет большое количество тепла.

5.25 Раствор серной кислоты (3 + 20)

Осторожно смешивают 3 см^3 концентрированной 95%-ной серной кислоты и 20 см^3 воды.

5.26 Толуол

Предупреждение — Воспламеняем. Пары вредны.

6 Образец для проведения испытания

6.1 В зависимости от консистенции пластичной смазки, которая зависит от содержания мыла, масса образца смазки для определения мыла (методы I и II для определения нерастворимых, мыла, жира, смазочного масла и неомыляемых веществ) должна быть от 8 до 30 г. Для пластичной смазки № 3 достаточно от 10 до 20 г образца, для более мягких смазок требуется большая масса образца. Исходный образец перемешивают до гомогенного состояния.

6.2 Массу образца взвешивают с точностью до 0,1 г.

Определение зольности

7 Общие положения

7.1 При испытании пластичной смазки в итоговый протокол не включают содержание золы, %.

Примечание 3 — Если нет специальных указаний, содержание общей золы не является важным. Определение содержания общей золы может быть некорректным из-за взаимодействия Na_2CO_3, полученной из мыла, с неорганическими нерастворимыми. При длительном нагревании, необходимом для полного сжигания углерода, возможна реакция с фарфоровым тиглем. В присутствии большого количества Na_2CO_3 или K_2CO_3 плавится зола и вовлекается углерод, что сильно затрудняет его полное удаление. В присутствии легко восстанавливаемых оксидов летучих металлов результаты всегда будут занижены. Также трудно точно установить, когда $CaCO_3$ полностью окисляется до CaO. Результаты определения золы на одном и том же образце в разных лабораториях могут быть разными.

8 Экспресс-метод

8.1 Помещают во взвешенный фарфоровый тигель образец пластичной смазки массой 2—5 г, взвешенной с точностью до 0,1 г. Если известно, что смазка не содержит свинцовое или цинковое мыло, удобнее использовать платиновый тигель. Медленно сжигают горючие компоненты, затем прокаливают остаток до полного удаления из золы углеродистых веществ. Охлаждают тигель с остатком в эксикаторе, взвешивают, определяют массу остатка в тигле, вычисляют и записывают содержание золы в процентах.

9 Альтернативный метод

9.1 В соответствии с 8.1 образец сжигают до полного удаления из золы углеродистых веществ. Охлаждают тигель, добавляют небольшой объем воды, небольшой избыток раствора H_2SO_4 (1 + 4) и

растворяют остаток. Осторожно вводят кислоту пипеткой, подведенной под маленькое часовое стекло, прикрывающее тигель. Нагревают тигель и его содержимое на паровой бане до прекращения бурного выделения газа. Промывают часовое стекло водой над тиглем. Полученный в тигле раствор при добавлении метилового красного (**Предупреждение** — Огнеопасен. Избегать контакта с кожей или попадания внутрь) показывает наличие свободной кислоты. Выпаривают содержимое тигля до сухого остатка и сжигают его при слабом красном калении, добавляя несколько маленьких кусочков сухого $(NH_4)_2CO_3$ для удаления избыточного SO_3. Охлаждают тигель, взвешивают и вычисляют содержание сульфатной золы в процентах.

Примечание 4 — Используя данный метод, получают более достоверные результаты по сравнению с экспресс-методом (раздел 8), однако этот метод является трудоемким и требует больше времени.

10 Качественная оценка

10.1 Легкоплавкая зола, полностью растворимая в воде с образованием сильного щелочного раствора, указывает на присутствие в пластичной смазке натрия, калия или обоих металлов. Белая неплавкая зола, легко растворимая в воде, с образованием сильного щелочного раствора, указывает на наличие в пластичной смазке лития. Белая неплавкая зола, практически не растворимая в воде, но придающая ей щелочную реакцию, может указывать на присутствие кальция с магнием или кальция с алюминием, или без них. Желтая зола в горячем состоянии указывает на присутствие цинка, а наличие металлических шариков или желтый цвет золы в холодном состоянии указывают на присутствие свинца.

10.2 Растворяют золу в растворе HNO_3 (1 + 4) или в HCl (1 + 3). По стандартной схеме качественного анализа подтверждают наличие нескольких щелочей.

11 Количественная оценка

11.1 Для количественной оценки (содержания) золы следует использовать стандартный аналитический метод, при выборе метода учитывают результаты качественной оценки. При наличии только одного основания содержание золы не определяют.

Нерастворимые, мыло, жир, минеральное масло и неомыляемые вещества

12 Выбор метода испытания

12.1 Для исследования пластичных смазок, содержащих осадок, асфальтеновые масла, битуминозный вяжущий материал с минеральным наполнителем, смолы и т. п., рекомендуется метод II, т. к. при интенсивном перемешивании в начале испытания эти компоненты образуют стойкие эмульсии. Все остальные пластичные смазки следует анализировать по методу I (рисунок 1).

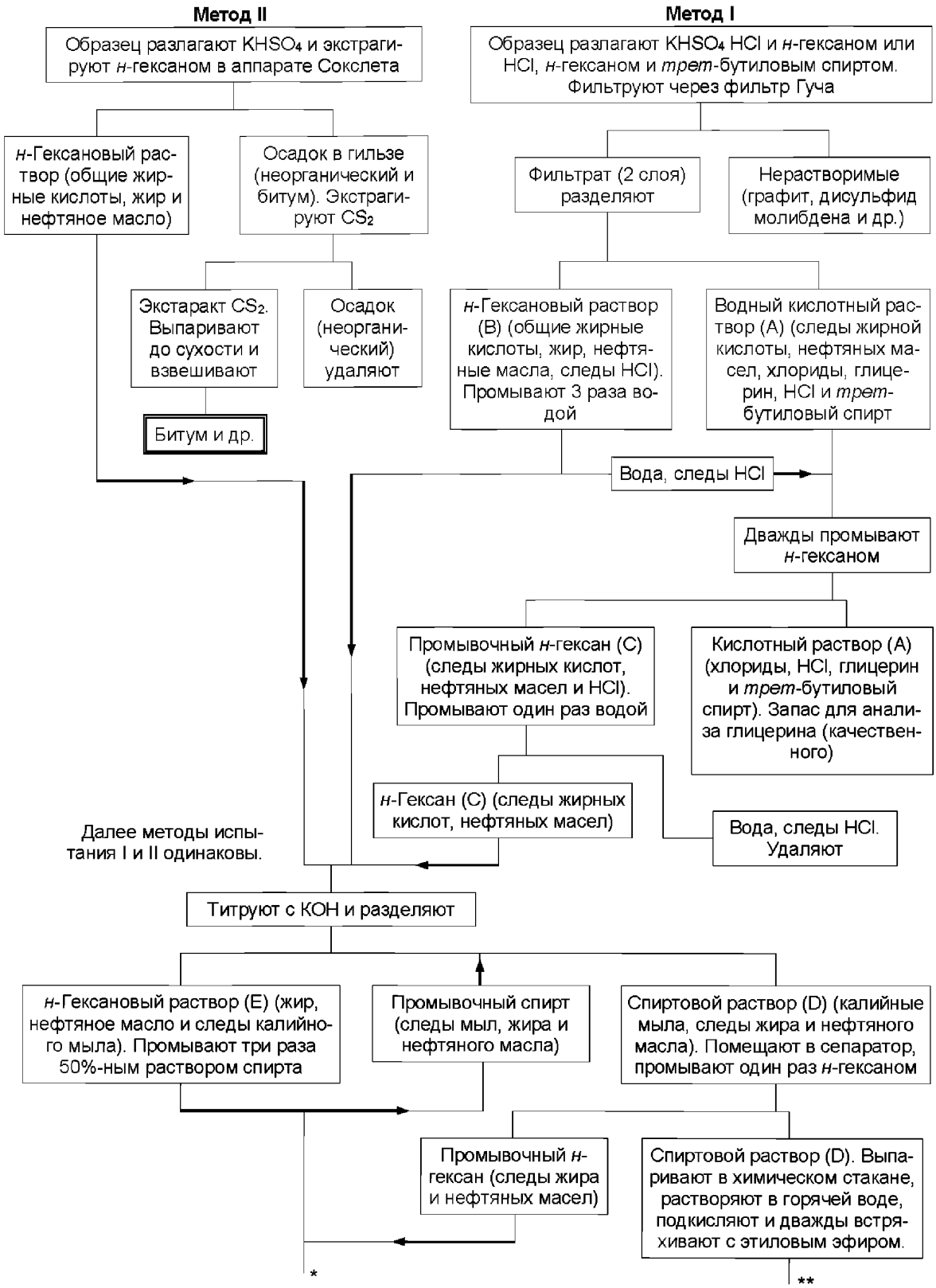
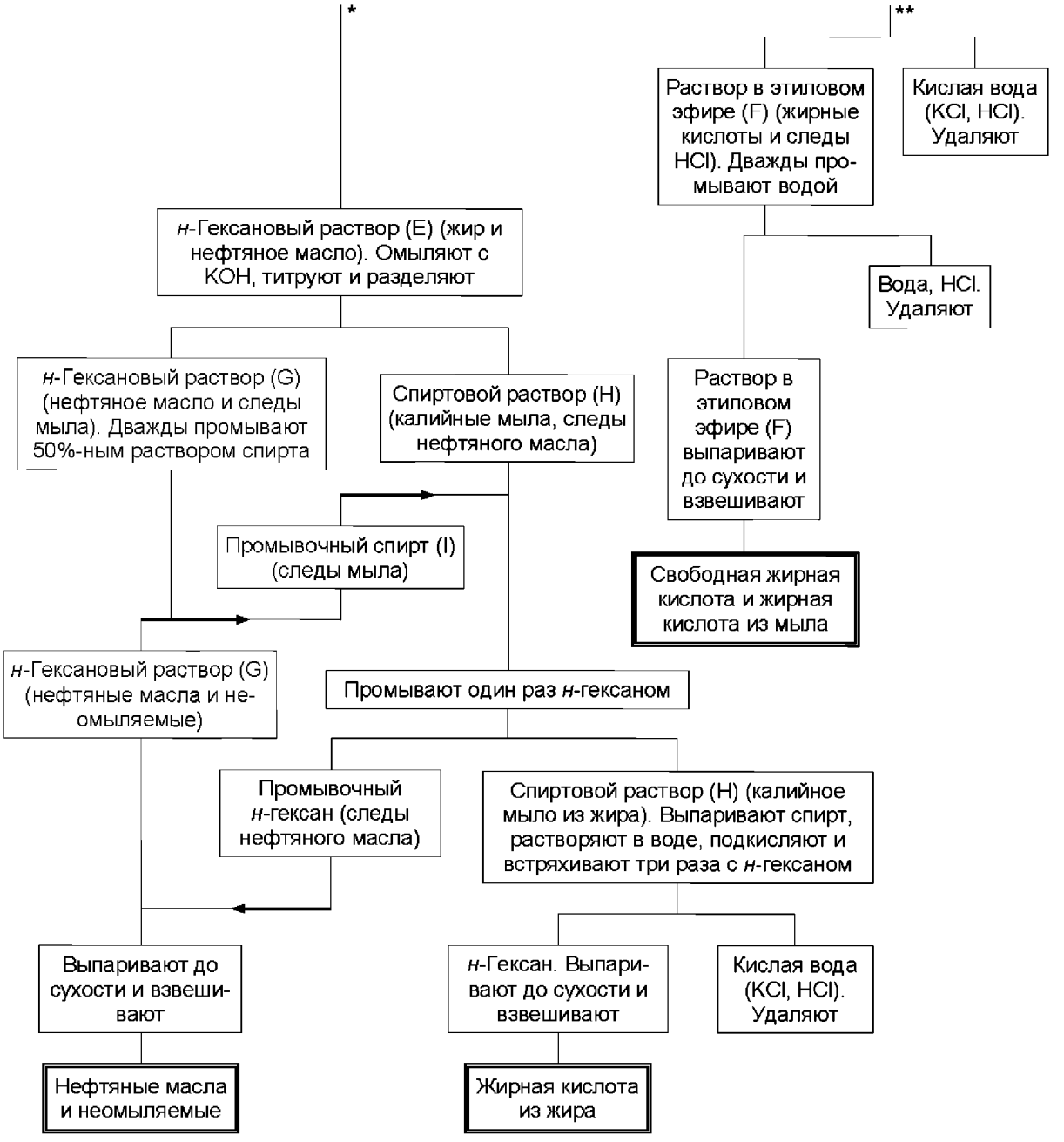


Рисунок 1 — Схема анализа пластичных смазок, лист 1



Примечание — Если разделение двух не смешивающихся растворов показано разделяющимися линиями, более тяжелый (нижний) раствор в делительной воронке исследуют по правой части схемы, легкий раствор — по левой части схемы.

Рисунок 1, лист 2

Метод I

13 Нерастворимые

13.1 При наличии нерастворимых (примечание 5) образец (раздел 6) помещают в небольшой химический стакан, добавляют 50 $см^3$ 10%-ного раствора HCl и нагревают при перемешивании на паровой бане до полного растворения мыла и получения прозрачного верхнего слоя. При наличии

нерастворимых минеральных веществ или других нерастворимых оба слоя в теплом состоянии фильтруют через фильтр Гуча, промывают стакан и фильтр теплой водой (температурой от 60 °С до 63 °С) (примечание 6) и раствором *н*-гексана, затем промывают химический стакан спиртом, отдельно собирают и утилизируют смывы. Сушат тигель с содержимым при температуре 120 °С, взвешивают и записывают содержание нерастворимых в процентах (графит, дисульфид молибдена и т. п.).

Примечание 5 — При отсутствии нерастворимых анализ по разделу 13 не проводят.

Примечание 6 — Теплым считают раствор температурой от 60 °С до 63 °С.

14 Мыло

14.1 При отсутствии нерастворимых образец пластичной смазки испытывают по методике, изложенной в 14.2 или в 14.3. Если при использовании любой методики содержимое колбы или химического стакана остается жидким, применяют методику по 14.4. Если содержимое колбы или химического стакана застывает или если при двухступенчатом разложении образца образуются твердые частицы, применяют методику по 14.5.

14.2 Помещают образец пластичной смазки (раздел 6) в колбу Эрленмейера вместимостью 250 $см^3$ или 500 $см^3$, равномерно распределяя его по дну колбы. Добавляют 20 $см^3$ *н*-гексана, затем 50 $см^3$ 10%-ного HCl и несколько гранул для предотвращения бурного вскипания. Кипятят образец, выпаривая его в аппарате с дефлегматором до полного разложения, о котором свидетельствует образование прозрачного слоя масла. Обычно бывает достаточно 3 ч, однако трудно разлагающиеся пластичные смазки требуют более длительного кипячения, или применения более концентрированного раствора HCl, или дополнительного объема *н*-гексана. Охлаждают содержимое колбы до комнатной температуры.

14.3 Помещают образец пластичной смазки (раздел 6) в химический стакан вместимостью 250 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ *трет*-бутилового спирта, вставляют магнитную мешалку с тетрафторэтиленовым покрытием, добавляют 50 $см^3$ *н*-гексана, 2 капли индикатора масляного желтого и 2 $см^3$ 37%-ной HCl. Для густых пластичных смазок вместо *н*-гексана можно добавить 50 $см^3$ толуола. Учитывая, что *трет*-бутиловый спирт кристаллизуется при температуре от 24 °С до 27 °С или ниже, нагревают стакан с содержимым на горячей плите, не допуская кипения, перемешивают магнитной мешалкой и разбивают при этом стеклянной палочкой крупные кристаллы. Если индикатор остается желтым, добавляют по 1 $см^3$ концентрированной 37%-ной HCl до окрашивания раствора в красный цвет. Продолжают нагревание и перемешивание до полного растворения пластичной смазки, что указывает на ее полное разложение. Для большинства пластичных смазок бывает достаточно 10—15 мин. Образующийся осадок неорганических солей не учитывают. Охлаждают содержимое стакана до комнатной температуры.

14.4 Переносят содержимое колбы или стакана в делительную воронку, используя в качестве промывочных жидкостей *н*-гексан и воду. После определения нерастворимых (раздел 13) выдерживают для отстаивания раствор или фильтрат со смывами (кроме спиртовых смывов) в делительной воронке, затем переносят водный слой (раствор А), содержащий все щелочи, а также глицерин, в другую делительную воронку. Для удаления HCl промывают три раза оставшийся слой *н*-гексана (раствор В) порциями воды по 25 $см^3$, добавляют промывочную жидкость в водный раствор А, промывают два раза водный раствор А порциями *н*-гексана (раствор С) по 20 $см^3$, затем используют раствор А для определения глицерина (раздел 16). Промывают раствор С один раз 15 $см^3$ воды, которую удаляют. Добавляют раствор С к раствору В. Если растворы В и С имеют сравнительно светлую окраску, их титруют в делительной воронке 0,5 н спиртовым раствором KOH в присутствии индикатора фенолфталеина, приблизительно определяя наличие свободных жирных кислот и связанных жирных кислот, считая 200 средним числом нейтрализации жирной кислоты (т. е. для нейтрализации 1,0 г жирной кислоты требуется 200 мг абсолютного KOH). Если растворы В и С имеют темный цвет, для придания спиртовому слою четко щелочного характера добавляют несколько капель раствора фенолфталеина и достаточное количество 0,5 н спиртового раствора KOH и интенсивно встряхивают.

Примечание 7 — Растворы, обозначенные заглавными буквами, указаны на рисунке 1.

14.5 Нагревают содержимое колбы или химического стакана до температуры приблизительно 63 °С и помещают в делительную воронку, предварительно подогретую промывочной теплой водой. В качестве промывочных жидкостей используют теплый *н*-гексан и теплую воду (см. 14.5.1). Раствор отстаивают и переносят водный слой (раствор А), содержащий щелочи и глицерин, в другую делительную воронку. Для удаления HCl три раза промывают *н*-гексановый слой (раствор В) теплой водой

порциями по 25 см^3, промывочную жидкость вводят в раствор А. Дважды промывают водный раствор А теплым *н*-гексаном порциями по 20 см^3 (раствор С). Раствор А используют для определения глицерина (раздел 16). Промывают раствор С один раз 15 см^3 теплой воды, которую собирают, и затем переносят раствор С в раствор В. Если растворы В и С имеют сравнительно светлую окраску, проводят приблизительное определение свободных жирных кислот из мыла титрованием растворов в делительной воронке при температуре 63 °С 0,5 н спиртовым раствором КОН в присутствии индикатора фенолфталеина, принимая 200 за среднее число нейтрализации жирной кислоты (т. е. для нейтрализации 1,0 г жирной кислоты требуется 200 мг чистого КОН). Если растворы В и С темные, для придания спиртовому слою четко выраженного щелочного характера добавляют несколько капель раствора фенолфталеина и достаточное количество 0,5 н спиртового раствора КОН и интенсивно встряхивают.

14.5.1 **Предупреждение** — При обращении с теплым *н*-гексаном требуется чрезвычайная осторожность из-за летучести паров, приводящих к повышению давления в делительной воронке, закрытой пробкой. Периодически переворачивают воронку и снижают давление, используя запорный (стопорный) кран.

14.6 Если растворы В и С по 14.4 и 14.5 оттитрованы, перед разделением к ним добавляют 0,5—1,0 см^3 щелочи. Введение небольшого объема спирта способствует быстрому и четкому разделению. После четкого разделения обоих растворов сливают нижний спиртовой слой (раствор D) в другую делительную воронку. Верхний *н*-гексановый слой промывают три раза нейтральным раствором 50%-ного спирта порциями по 30 см^3, 25 см^3 и 20 см^3, промывочные жидкости сливают в раствор D. Промывают раствор D 25 см^3 *н*-гексана, затем сливают раствор D в химический стакан, а введенный *н*-гексан считают раствором Е. Спирт удаляют выпариванием раствора D до небольшого объема, затем горячей водой, подкисленной HCl, удаляют остаток калийного мыла и сливают образовавшийся раствор в делительную воронку, промывают два раза в указанном порядке 50 см^3 и 25 см^3 этилового эфира (получают раствор F). Сливают раствор F в другую делительную воронку и дважды промывают водой порциями по 20 см^3, которую удаляют. Переносят раствор F в предварительно взвешенный стакан и выпаривают на водяной бане досуха, продувают воздухом для удаления следов этилового эфира. Добавляют к остатку, состоящему из свободных и связанных жирных кислот, 5 см^3 ацетона, нагревают на водяной бане для полного удаления следов воды и получения постоянной массы. Для точного определения кислотного числа свободных и связанных жирных кислот по возможности используют образец пластичной смазки большей массы.

14.7 Жирные кислоты могут быть идентифицированы с помощью специальных методов испытаний по запаху, кристаллообразованию, температуре плавления, йодному числу, изменению цвета в результате реакции и т. д.

14.8 Если пластичная смазка сильно окислена, жирные кислоты, полученные экстракцией этиловым эфиром, могут иметь темный цвет, и их трудно определить. Для дальнейшего исследования и определения нейтрализованные кислоты можно еще раз качественно экстрагировать *н*-гексаном и HCl (1 + 3), устраняя таким образом более темное окрашивание.

14.9 Из общего содержания обнаруженной жирной кислоты (раздел 23) вычитают содержание свободной кислоты и вычисляют процентное содержания мыла в остатке по разделу 15.

15 Вычисление и оформление результатов

15.1 Вычисляют и записывают кислотное число, молекулярную массу жирных кислот и содержание мыла, %, в соответствии с 15.1.1—15.1.6.

15.1.1 Кислотное число (число нейтрализации) жирных кислот

Кислотное число жирных кислот *A* вычисляют по формуле

$$A = 56{,}1BN / X, \qquad (1)$$

где *A* — кислотное число жирных кислот;

B — объем раствора КОН, израсходованный на титрование, см^3;

N — нормальность раствора КОН;

X — масса оттитрованной жирной кислоты, г.

15.1.2 Молекулярная масса жирных кислот

Молекулярную массу жирных кислот M_f вычисляют по формуле

$$M_f = 56{,}100 / A, \qquad (2)$$

где *A* — кислотное число жирных кислот.

15.1.3 Мыло в одноосновных пластичных смазках

Содержание мыла, %, в одноосновных пластичных смазках вычисляют по формуле

$$\text{Содержание мыла} = M_s C / M_f E, \quad (3)$$

где M_s — средняя молекулярная масса мыла, г/моль;

C — содержание связанных жирных кислот (из мыла), %;

M_f — средняя молекулярная масса связанных жирных кислот, г/моль;

E — число молей жирных кислот на моль мыла.

15.1.4 Мыло в пластичных смазках смешанного основания, растворимое в органических растворителях

Если пластичная смазка растворима в органических растворителях, более точно можно определить металл, содержащийся в пластичной смазке (в обоих мылах), растворенной в растворителе (примечание 8). Затем вычисляют содержание мыла, %, в котором этот металл является основой, по формуле

$$\text{Содержание мыла} = FM_s / M_m, \quad (4)$$

где F — содержание определенного металла, %;

M_s — средняя молекулярная масса мыла на основе этого металла, г/моль;

M_m — молекулярная масса металла, г/моль.

Вычисляют содержание жирных кислот, которое требуется для образования этого количества стандартного мыла. Вычитают содержание этих кислот из содержания общих жирных кислот мыла, затем рассчитывают оставшиеся жирные кислоты в мыле второго металла, как описано в 15.1.3.

Примечание 8 — Растворимая часть может быть отделена от нерастворимых веществ непрерывной экстракцией с помощью экстракционной гильзы.

15.1.5 Мыло в пластичных смазках смешанного основания, нерастворимых в органических растворителях

Если смазка не растворяется в органических растворителях, определяют металл и вводят поправку на свободную щелочь, если этот металл является преобладающим. Затем следуют по 15.1.4. Содержание нерастворимых может затруднять анализ таких пластичных смазок.

15.1.6 Мыло в пластичных смазках, содержащих тяжелые металлы

Содержание мыла в пластичных смазках, состоящих из мыл свинца, алюминия и т. д., невозможно точно вычислить, т. к. свободные жирные кислоты, на которые необходимо вводить поправки, невозможно определить в присутствии таких мыл. Однако можно оценить содержание мыла, если добавить такое количество органически связанного металла, чтобы омылить свободные жирные кислоты и связанные жирные кислоты. Если кислоты в большем избытке по сравнению с количеством, необходимым для нормального омыления металла, рекомендуется рассчитать количество металла на нормальное мыло, а остальные кислоты записать как избыточные.

16 Глицерин (качественный анализ)

16.1 Если необходимо установить, что для изготовления пластичной смазки были использованы жиры или жирные кислоты, нейтрализуют раствор А сухим Na_2CO_3 и вводят его избыток для осаждения кальция или других металлов. Затем выпаривают раствор досуха и несколько раз экстрагируют остаток спиртом, фильтруют смесь спиртовых экстрактов и выпаривают спирт. В остатке будет содержаться большая часть глицерина с небольшой примесью NaCl. Наличие или отсутствие глицерина в остатке подтверждают соответствующими качественными анализами.

17 Жир

17.1 *н*-Гексановый раствор Е (раздел 14), содержащий свободный жир, нефтяные масла, неомыляемые масла и неомыляемые вещества, помещают в колбу Эрленмейера вместимостью 300 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ 0,5 н спиртового раствора КОН и 50 $см^3$ нейтрального спирта, соединяют с воздушным конденсатором и кипятят на электрической плитке в течение 1,5 ч до получения объема 125 $см^3$. Титруют свободную щелочь 0,5 н HCl и по количеству щелочи с поправкой на холостое определение, как указано в 6.1, вычисляют содержание свободного жира, %, принимая 195 за среднее число омыления (т. е. для омыления 1,0 г мыла требуется 195 мг абсолютного КОН).

17.2 Помещают титрованый раствор G в делительную воронку, сливают в другую делительную воронку нижний спиртовой слой (раствор H), удаляют из раствора G оставшиеся следы мыла, как описано для растворов B и C (раздел 14), промывая его два раза 30 и 20 $см^3$ объемами 50%-ного раствора спирта (раствор I). Соединяют растворы H и I, промывают смесь один раз небольшим количеством *н*-гексана, который добавляют в раствор G, затем выпаривают раствор H и I до небольшого объема и выделяют жирную кислоту, как описано для раствора D (14.6). Содержание жира, %, можно определить взвешиванием и титрованием свободной жирной кислоты.

Примечание 9 — При умножении массы жирной кислоты на 1,045 получают очень близкую аппроксимацию массы жира, производной которого эта жирная кислота является, этот коэффициент практически не зависит от молекулярной массы жира.

18 Нефтяное масло

18.1 Выпаривают раствор *н*-гексана G, в котором содержатся углеводородные масла и неомыляемые вещества, досуха во взвешенном химическом стакане, как описано для раствора F (14.6), взвешивают остаток и записывают результат как «нефтяные масла плюс неомыляемые вещества».

18.2 Вязкость нефтяного масла можно определить по ASTM D 445. Если требуется полный анализ нефтепродуктов, разлагают новый образец смазки массой 150—200 г, как описано в разделе 13, исключая все количественные операции; также исключают выделение свободных жирных кислот с использованием стандартной щелочи и кислоты.

18.3 Если пластичная смазка содержит канифольное масло, пчелиный воск, необработанный шерстный жир, монтановый воск и другие материалы с высоким содержанием неомыляемых веществ, в нефтяных маслах, выделенных из раствора G, будет содержаться неомыляемое вещество, и их физические свойства будут отличаться от свойств нефтепродуктов, применяемых при производстве пластичной смазки. В большинстве случаев дальнейшее выделение невозможно. Исключение могут составить высококвалифицированные и опытные исследователи, способные разрабатывать специальные методы применительно к конкретным условиям испытаний.

Метод II

19 Темные пластичные смазки

19.1 Взвешивают образец смазки в фарфоровой чашке диаметром 76 мм (3 дюйма), добавляют 10 г гранулированного $KHSO_4$, 10 г чистого сухого прокаленного песка и 5 $см^3$ воды. При интенсивном помешивании содержимое чашки нагревают на водяной бане до полного испарения из образца воды; обычно для этого достаточно 2 ч. После охлаждения и измельчения сухого остатка с помощью небольшого пестика количественно переносят смесь в экстракционную гильзу, предварительно помещенную в экстрактор Сокслета; с помощью небольшого объема *н*-гексана смывают из фарфоровой чашки следы остатка в экстракционную гильзу. Тщательно экстрагируют *н*-гексаном содержимое гильзы, при необходимости экстракт слегка выпаривают, титруют свободную и связанную жирную кислоту 0,5 н спиртовым раствором КОН аналогично растворам B и C (14.4), затем проводят испытания по разделам 14, 17 и 18.

20 Битумы и смолистые вещества

20.1 Остаток в гильзе экстрагируют CS_2. Выпаривают экстракт досуха, нагревая в течение 1 ч при температуре 120 °С, затем взвешивают и записывают результат как содержание битумных и смолистых веществ. Остаток в экстракционной гильзе утилизируют.

Свободная щелочь и свободная кислота

21 Свободная щелочь

21.1 Помещают 10—30 г пластичной смазки в небольшой химический стакан и, помешивая шпателем, растворяют в 75 $см^3$ *н*-гексана, смывая смесь небольшим количеством *н*-гексана, помещают ее в колбу Эрленмейера вместимостью 250 $см^3$ и ополаскивают стакан 50 $см^3$ 95%-ного спирта (4.4), спирт

переносят в колбу. Добавляют несколько капель раствора фенолфталеина и сильно встряхивают содержимое. Если спиртовой слой после осаждения в течение нескольких секунд приобретает розовую окраску, добавляют 10 $см^3$ 0,5 н HCl, кипятят растворы на электрической плитке в течение 10 мин для удаления CO_2 и титруют избыточную кислоту 0,5 н спиртовым раствором КОН. Вычисляют свободную щелочь в пересчете на гидроксид преобладающего основания.

22 Нерастворимые карбонаты

22.1 Если нерастворимым веществом является мел или другая форма карбоната щелочно-земельного металла или карбонат свинца, его можно идентифицировать по бурному выделению газа при добавлении HCl. Поскольку масса таких карбонатов может быть значительной, объем вводимого 0,5 н раствора HCl должен быть достаточным для растворения всех карбонатов, и должен оставаться небольшой избыток кислоты. Кипятят раствор в течение 2 мин, выполняют обратное титрование избытка кислоты 0,5 н спиртовым раствором КОН и по объему израсходованной кислоты вычисляют ее эквивалент в $CaCO_3$ и т. д., не учитывая другие присутствующие формы щелочности.

23 Свободная кислота

23.1 Если исходный спиртовой слой не имеет розовой окраски, не нагревая раствор, тщательно титруют его 0,5 н спиртовым раствором КОН, сильно встряхивая после каждого его добавления. Вычисляют кислотность, выраженную через олеиновую кислоту.

23.2 Если присутствуют мыла железа, цинка, алюминия или других слабых оснований, то определение свободной кислоты невозможно, поскольку мыла этих металлов взаимодействуют с КОН. Методы определения кислоты в таких смазках отсутствуют.

Вода

24 Метод определения

24.1 Воду определяют по ASTM D 95. В качестве растворителя используют нефтяной дистиллят по пункту 5.1.2 ASTM D 95.

24.2 Вычисляют и записывают содержание воды, % масс., в соответствии с ASTM D 95.

Глицерин (количественное определение)

25 Область распространения

25.1 Метод распространяется на пластичные смазки, содержащие от 0,03 % до 1,6 % глицерина, и устанавливает определение свободного глицерина и глицерина, связанного в виде жира. Метод точен даже в присутствии гликолей этилена и пропилена.

26 Сущность метода

26.1 Для определения свободного глицерина образец пластичной смазки нагревают с разбавленной серной кислотой и *н*-гексаном в сосуде с обратным холодильником. Теплую смесь экстрагируют теплой водой, промывочную жидкость нейтрализуют и окисляют периодатом калия[10)], полученный раствор титруют стандартным раствором NaOH. Глицерин окисляется с образованием 2 молей формальдегида и 1 моля муравьиной кислоты по уравнению

$$C_3H_8O_3 + 2KIO_4 \rightarrow 2HCHO + HCOOH + 2KIO_3 + H_2O. \quad (5)$$

26.2 Для определения свободного глицерина и глицерина, связанного в виде жира, перед нагреванием в сосуд с обратным холодильником вместо серной кислоты вводят водный раствор гидроксида натрия.

[10)] Hoepe G. and Treadwell W.D., Chemical Abstracts, Vol 36, p. 4058 (журнал Chemical Abstracts, том 36, с. 4058).

После омыления при нагревании в сосуде с минеральной кислотой с обратным холодильником мыла разлагаются, *н*-гексан испаряется, определение завершают аналогично определению свободного глицерина.

Определение свободного глицерина

27 Проведение испытания

27.1 Помещают 10 г образца в колбу Эрленмейера вместимостью 250 $см^3$ и добавляют разбавленную H_2SO_4 (3 $см^3$ концентрированной H_2SO_4 и 20 $см^3$ дистиллированной воды) и 20 $см^3$ *н*-гексана.

27.2 На водяной бане нагревают смесь в колбе с обратным холодильником до разложения смазки. Охлаждают содержимое сосуда до комнатной температуры.

Если смесь остается жидкой, следуют методике, описанной в 27.3, если смесь застывает или в ней образуются твердые частицы, следуют методике, описанной в 27.4.

27.3 Добавляют 50 $см^3$ *н*-гексана, количественно переносят содержимое колбы в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$, промывают колбу 50 $см^3$ *н*-гексана и 25 $см^3$ дистиллированной воды, промывочную жидкость помещают в делительную воронку. Встряхивают содержимое делительной воронки, оставляют для расслоения на два слоя. Водный слой сливают во вторую делительную воронку, содержащую 100 $см^3$ *н*-гексана. Промывают содержимое первой делительной воронки двумя порциями дистиллированной воды объемом по 30 $см^3$, переносят промывочную жидкость во вторую делительную воронку.

27.4 Нагревают содержимое колбы приблизительно до температуры 63 °С и количественно переносят в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$, промывают колбу 50 $см^3$ теплого *н*-гексана и 25 $см^3$ теплой дистиллированной воды, промывочную жидкость помещают в делительную воронку. Содержимое делительной воронки сохраняют теплым, встряхивают и выдерживают до расслоения. Водный слой сливают во вторую делительную воронку, содержащую 100 $см^3$ *н*-гексана. Промывают содержимое первой делительной воронки двумя порциями дистиллированной воды по 30 $см^3$, переносят промывочную жидкость во вторую делительную воронку.

27.5 Встряхивают вторую делительную воронку, выдерживают до расслоения и сливают водный слой в колбу Эрленмейера вместимостью 300 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой. Промывают вторую делительную воронку 20 $см^3$ дистиллированной воды и сливают промывочную воду в ту же колбу Эрленмейера. *н*-Гексановые растворы утилизируют.

27.6 Добавляют в водный раствор три капли раствора индикатора метилового красного (примечание 10) и добавляют раствор NaOH (240 г/$дм^3$) до получения нейтральной реакции. Добавляют еще две капли раствора индикатора и тщательно титруют раствором 0,05 н КОН до появления медного цвета.

Примечание 10 — В нейтральном или кислом растворе индикатор окрашен в красный цвет. Щелочной (водный чистый) раствор имеет желтую окраску. При определении глицерина раствор имеет медную окраску, соответствующую недостаточной щелочности.

27.7 Холостое определение

Для холостого определения в колбу Эрленмейера вместимостью 300 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой, содержащую 80 $см^3$ дистиллированной воды, вводят 23 $см^3$ H_2SO_4 (3 + 20) и, как описано в 27.6, нейтрализуют раствор до конечной точки титрования, используя метиловый красный.

27.8 В каждую колбу добавляют 3 г KIO_4. Тщательно закрывают пробки и встряхивают колбы в течение 2 ч (для этой цели рекомендуется механический смеситель). Удаляют избыток KIO_4 фильтрованием растворов через бумажные фильтры с плотной текстурой и собирают фильтраты в чистые колбы Эрленмейера вместимостью 300 $см^3$ с притертыми стеклянными пробками. Добавляют по шесть капель раствора индикатора метилового красного в каждую колбу и титруют растворы до медной окраски 0,05 н раствором NaOH до конечной точки. Записывают объем использованного раствора NaOH.

Определение общего глицерина (свободного и связанного)

28 Проведение испытания

28.1 Помещают 10 г образца в колбу Эрленмейера вместимостью 250 $см^3$. Добавляют 10 $см^3$ NaOH (100 г/$дм^3$) и нагревают смесь в колбе, используя обратный холодильник, в течение 2 ч.

28.2 Охлаждают колбу и нейтрализуют NaOH раствором H_2SO_4 (1 + 4), добавляют приблизительно 25 $см^3$ избытка раствора H_2SO_4 (1 + 4), затем добавляют 20 $см^3$ *н*-гексана.

28.3 Завершают определение в соответствии с 27.2—27.8.

29 Обработка результатов

29.1 Вычисляют содержание глицерина G, %, по формуле

$$G = \frac{(M - M_1) \cdot N \cdot 0{,}0921}{S \cdot 0{,}92} \cdot 100, \quad (6)$$

где M — объем 0,05 н раствора NaOH, израсходованного на титрование образца, $см^3$;

M_1 — объем 0,05 н раствора NaOH, израсходованного на титрование холостой пробы, $см^3$;

N — нормальность раствора NaOH;

S — масса образца, г;

0,92 — эмпирический коэффициент, полученный по экспериментальным данным (не следует путать с 0,0921, являющимся стехиометрическим значением глицерина).

30 Прецизионность и смещение

30.1 Прецизионность

Прецизионность методов не определялась.

30.2 Смещение

Смещение методов не определялось.

Приложение Х1
(справочное)

Дополнительный метод испытания пластичных смазок

Х1.1 Область распространения

Х1.1.1 Настоящий метод распространяется на пластичные смазки, указанные в 1.2, и устанавливает метод определения общего жидкого компонента пластичной смазки и общего нерастворимого вещества в *н*-гексане.

Примечание Х1.1 — Метод также включает определение свободной жирной кислоты (раздел 23) и свободной щелочи (раздел 21) в пластичных смазках, поскольку результаты их определения включены соответственно в расчеты в качестве корректировочных коэффициентов.

Х1.2 Сущность метода

Х1.2.1 Общий жидкий компонент (примечание Х1.2)

Пластичную смазку экстрагируют *н*-гексаном. Полученная фракция, растворимая в *н*-гексане, скорректированная на свободные жирные кислоты, является жидким компонентом.

Примечание Х1.2 — Жиры, растворимые в *н*-гексане, включают в общий жидкий компонент, поскольку их количество незначительно, чтобы повлиять на свойства общего жидкого компонента.

Х1.2.2 Общее нерастворимое в *н*-гексане

Регистрируют количество смазки, нерастворимой в *н*-гексане, вычитая свободную щелочь.

Х1.3 Термины и определения

В настоящем методе применены следующие специфические термины с соответствующими определениями:

Х1.3.1 **общий жидкий компонент** (total fluid constituent): Нефтяное масло, или ненефтяная жидкость, или жиры, или все три компонента, растворимые в *н*-гексане.

Х1.3.2 **общее нерастворимое в *н*-гексане вещество** (total n-hexane-insoluble material): Мыло, немыльные загустители, наполнители, неорганические соли из свободной щелочи, асфальтены или любые их сочетания, нерастворимые в *н*-гексане.

Х1.4 Аппаратура

Х1.4.1 Экстракционный аппарат по ASTM D473. Используют колбу вместимостью 1000 см^3. Используя коррозионно-стойкую проволоку или корзинку из коррозионно-стойкой проволоки, подвешивают под конденсатором экстракционную гильзу размером 33 × 94 мм с двойным бумажным фильтром так, чтобы в гильзу поступал конденсируемый растворитель.

Х1.5 Проведение испытания

Х1.5.1 Взвешивают (10,0 ± 0,2) г представительного образца смазки с точностью до 1 мг (примечание Х1.3) в промытой *н*-гексаном высушенной, тарированной экстракционной гильзе и помещают в экстракционный аппарат, содержащий 125 см^3 *н*-гексана (5.10). Помещают аппарат на водяную баню (примечание Х1.4) и экстрагируют 12 ч (примечание Х1.5). Вынимают гильзу из аппарата, сушат в термостате при температуре 100 °С в течение 30 мин нерастворимое вещество и регистрируют массу (примечание Х1.3). Для полного удаления жидкого компонента нерастворимое вещество повторно экстрагируют 1 ч. Сушат и повторно взвешивают гильзу (примечание Х1.3). При потере массы более 20 мг повторно экстрагируют 4 ч и сушат.

Примечание Х1.3 — Для данной процедуры для взвешивания используют бюксы[11)], чтобы свести к минимуму абсорбцию влаги экстракционной гильзой. Для облегчения экстракции образец смазки равномерно распределяют по внутренней поверхности гильзы по высоте не более 10 мм от ее верха.

Примечание Х1.4 — При нагревании растворителя во время экстракции и при выпаривании растворителя из экстрагируемого жидкого компонента в целях безопасности следует применять водяную баню или другое пригодное безопасное нагревательное устройство.

Примечание Х1.5 — Скорость дистилляции должна быть такой, чтобы уровень растворителя в экстракционной гильзе располагался между верхней поверхностью смазки и верхом гильзы. При необходимости изолируют экстракционную колбу от водяной бани для получения необходимой скорости дистилляции. При экстракции для увеличения скорости орошения возможно удаление части изоляции, чтобы сохранить полное заполнение экстракционной гильзы растворителем.

[11)] Единственным источником поставки бюксов подходящего размера, известным комитету ASTM D02 в настоящее время, является бюкс под каталоговым номером 15840, поставляемый New York Laboratory Supply Co., 510 Hempstead Turnpike, West Hempstead, NY 11552.

X1.5.2 Если порция пластичной смазки, растворимая в *н*-гексане, не прозрачная, что указывает на наличие свободной кислоты или вещества, нерастворимого в *н*-гексане, или того и другого, ее фильтруют в теплом виде через взвешенный фильтр из химически стойкого прокаленного стекла средней пористости (например, боросиликатного стекла), промывают фильтр горячим *н*-гексаном. Остаток переносят из экстракционной колбы на стеклянный фильтр и промывают горячим *н*-гексаном для удаления следов жидкого компонента. Это позволяет удалить нерастворимое вещество, при этом с раствором *н*-гексана будет удаляться свободная кислота. При охлаждении свободные кислоты могут кристаллизоваться. Фильтр и его содержимое сушат в термостате при температуре 100 °С в течение 30 мин, затем охлаждают и повторно взвешивают. Полученное количество вещества добавляют к общему количеству вещества, нерастворимого в *н*-гексане.

X1.5.3 Переносят фильтрат *н*-гексана в тарированный химический стакан, выпаривают растворитель на водяной бане струей воздуха или инертного газа в течение 3 ч и помещают в термостат на 1 ч при температуре 100 °С. Нагревают до постоянной массы.

Примечание X1.6 — Массу считают постоянной, если после нагревания в термостате в течение 15 мин потеря не превышает 5 мг.

X1.6 Обработка результатов

X1.6.1 Вычисляют содержание общего жидкого компонента, %, по формуле

$$\text{Содержание общего жидкого компонента} = (100 \cdot A / W) - B, \qquad (X1.1)$$

где A — масса остатка, растворимого в *н*-гексане (X1.5.3), г;
W — масса образца, г;
B — содержание свободной жирной кислоты в пересчете на олеиновую кислоту (раздел 23), %.

X1.6.2 Вычисляют содержание общего нерастворимого в *н*-гексане вещества, %, по формуле

$$\text{Содержание общего нерастворимого в } н\text{-гексане вещества} = (100 \cdot C / W) - D, \qquad (X1.2)$$

где C — остаток от экстракции *н*-гексана (X1.5.1), г;
W — масса образца, г;
D — содержание свободной щелочи в пересчете на гидроксид преобладающего основания (раздел 21), %.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 95	IDT	ГОСТ 32055—2013 «Нефтепродукты и материалы битумные. Определения содержания воды с помощью перегонки»
ASTM D 156	—	*
ASTM D 217	—	*
ASTM D 445	—	
ASTM D 473	—	*
ASTM D 804	—	*
ASTM D 1078	—	*
ASTM D 1193	—	*
ASTM D 1353	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичный стандарт.

УДК 665.765:006.354 МКС 75.080

Ключевые слова: пластичные смазки, методы испытаний, содержание жира, жидкости, свободной щелочи, свободной жирной кислоты, глицерина, нерастворимых, нефтяного масла, мыла, загустителя, воды

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Ю. Каболова*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 16.08.2019. Подписано в печать 17.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,52.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru