Издание официальное

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 9807—61
	Присадки и масла с присадками МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАЛЬЦИЯ Additives and oils containing additives. Method for the determination of calcium content	Группа Б99

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания кальция в присадках и смазочных маслах с присадками, заключающийся в озолении испытуемого продукта, растворении золы в соляной кислоте, выделении из полученного раствора кальция в виде кристаллов щавелевокислого кальция, растворении последнего в серной кислоте и оттитровывании кальция раствором марганцовокислого калия.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на присадки и масла с присадками.

А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При определении содержания кальция применяют:

а) аппаратуру, применяемую при определении зольности нефтепродуктов по ГОСТ 1461—59;

б) меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—64;

цилиндры измерительные с носиком номинальной вместимостью 10 и 25 *мл*,

бюретку номинальной вместимостью 25 или 50 *мл*;

в) стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 10394—63 номинальной вместимостью 250 *мл*;

г) промывалки номинальной вместимостью 500—750 *мл*;

д) стекла часовые;

е) воронки стеклянные по ГОСТ 8613—64;

ж) палочки стеклянные длиной 150—200 *мм* с оплавленным концом и резиновым наконечником;

з) кислоту соляную по ГОСТ 3118—46, «х. ч.» или «ч. д. а.», разбавленную водой в отношении 1 : 1;

и) аммоний хлористый по ГОСТ 3773—60, «х. ч.» или «ч. д. а.», 10%-ный водный раствор;

к) кислоту щавелевую по ГОСТ 5873—51, «х. ч.» или «ч. д. а.», 5%-ный водный раствор;

Внесен Московским институтом нефтехимической и газовой промышленности НИИ-25 МО и Научно-исследовательским институтом автомобильного транспорта	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 12/VII 1961 г.	Срок введения 1/VII 1962 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

л) кислоту уксусную по ГОСТ 61—51, «х. ч.» или «ч. д. а.», 10%-ный водный раствор;

м) аммиак по ГОСТ 3760—64, 10%-ный и 1%-ный водный раствор;

н) аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—51, «х. ч.» или «ч. д. а.», 1%-ный водный раствор;

о) кислоту серную по ГОСТ 4204—66, «х. ч.» или «ч. д. а.», разбавленную в отношении 1 : 2 и 1 : 4;

п) метиловый оранжевый (индикатор), 0,02%-ный водный раствор;

р) серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63, 3%-ный водный раствор;

с) калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, «х. ч.» или «ч. д. а.», 0,1 н титрованный раствор;

т) воду дистиллированную по ГОСТ 6709—53;

у) беззольные бумажные фильтры марки «синяя лента».

Б. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

2. В фарфоровый тигель берут с точностью до 0,01 *г* навеску испытуемого продукта в количестве около 10 *г* при испытании масла с присадкой и в количестве около 1 *г* при испытании присадки и проводят выпаривание и озоление масла или присадки в соответствии с ГОСТ 1461—59.

Примечание. Для определения содержания кальция может быть использована также зола, полученная при определении для данного продукта показателя зольности по ГОСТ 1461—59.

3. В тигель с золой наливают 20 *мл* разбавленной соляной кислоты и нагревают тигель, закрытый часовым стеклом, до кипения.

4. Полученный раствор охлаждают и осторожно переносят в стеклянный стакан. Остаток раствора из тигля струей дистиллированной воды из промывалки смывают в тот же стакан. Общий объем раствора в стакане должен быть около 100 *мл*.

5. В случае, если полученная зола или раствор ее в соляной кислоте имеет желтовато-коричневую окраску, необходимо провести операцию отделения кальция от железа. Для этого к горячему раствору золы добавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и нейтрализуют раствор концентрированным аммиаком, не содержащим углекислого аммония. После нейтрализации к раствору приливают небольшой избыток (0,5—1,0 *мл*) аммиака до тех пор, пока над стаканом не будет обнаруживаться (по запаху) его присутствие. Затем раствор слабо кипятят до выпадения осадка. Осадок отфильтровывают и промывают сначала разбавленным аммиаком (1 : 100), а затем горячей водой до полного удаления хлор-ионов.

Для определения полноты удаления хлор-ионов берут в пробирку 3—5 *мл* фильтрата от последней промывки и добавляют к нему 3—4 капли раствора азотнокислого серебра. Если при этом не выпа-

дает осадок хлористого серебра или образуется только легкая опалесценция, промывку считают законченной.

6. При отсутствии окраски золы или ее раствора к полученному по пп. 3 и 4 раствору, минуя операцию отделения железа (п. 5), приливают 10 *мл* раствора хлористого аммония, 20 *мл* раствора щавелевой кислоты и 10 *мл* раствора уксусной кислоты, нагревают содержимое стакана почти до кипения, прибавляют несколько капель раствора метилового оранжевого и при перемешивании стеклянной палочкой медленно по каплям приливают раствор аммиака до перехода окраски испытуемого раствора в желтый цвет. Стакан накрывают часовым стеклом, умеренно кипятят в течение 5—10 *мин*, после чего оставляют на 3—4 *ч* (лучше оставить на ночь) в теплом месте. Так же поступают с раствором, полученным по п. 5.

7. Выпавший осадок щавелевокислого кальция отфильтровывают через обеззоленный фильтр. Стакан и фильтр промывают 2—3 раза раствором щавелевокислого аммония, а затем дистиллированной водой до полного удаления хлор-ионов.

8. Промытый осадок щавелевокислого кальция с фильтром переносят на стенку стакана и смывают с фильтра струей воды в стакан.

Затем в стакан приливают 100 *мл* воды и 20 *мл* разбавленной в соотношении 1 : 2 серной кислоты и тщательно перемешивают содержимое стакана.

Испытуемый раствор в стакане нагревают до 90° С и титруют 0,1 н раствором марганцовокислого калия, энергично перемешивая. К концу титрования фильтр со стенки стакана опускают в раствор и все титруют до розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 *мин*.

9. Для установления содержания кальция в испытуемой присадке или масле проводят контрольный опыт по пп. 2—8 настоящего стандарта без навески присадки или масла.

Проведение испытания при совместном содержании кальция и бария

10. Взятие навески присадки или масла, выпаривание, озоление и растворение золы производят так же, как указано в пп. 2 и 3 настоящего стандарта.

11. Полученный раствор или раствор с осадком нерастворившейся золы обрабатывают серной кислотой в соответствии с ГОСТ 7187—58, но с увеличением количества кислоты до 8 *мл*, а общего объема раствора при осаждении бария — до 400—500 *мл*. Количество добавляемой в этот раствор соляной кислоты также необходимо увеличить с 2 до 10 *мл*. Выпавший осадок сернокислого бария тщательно промывают на фильтре теплой (50—60° С) водой, с добавлением в нее 1 *мл* раствора соляной кислоты на 100 *мл* воды и затем окончательно водой до отсутствия реакции на ион SO_4 (испытание фильтрата раствором хлористого бария).

Далее испытание проводят в соответствии с пп. 5—8.

Примечание. В случае, если требуется определить в испытуемой присадке или масле помимо кальция еще и содержание бария, то для этого используют полученный на фильтре осадок сернокислого бария, который анализируют далее в соответствии с ГОСТ 7187—58.

В. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

12. Содержание кальция в процентах (X) в испытуемой присадке или масле с присадкой вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}0020045 \cdot 100}{G},$$

где:

V_1 — объем точно 0,1 н раствора марганцовокислого калия, пошедший на титрование испытуемого раствора, в *мл*;

V_2 — объем точно 0,1 н раствора марганцовокислого калия, пошедший на титрование контрольного раствора, в *мл*;

0,0020045 — количество кальция, соответствующее 1 *мл* точно 0,1 н раствора марганцовокислого калия, в *г*;

G — навеска испытуемого продукта в *г*.

13. Содержание кальция в испытуемом продукте определяют в двух параллельных навесках. Из результатов двух параллельных определений берут среднее арифметическое.

Г. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

14. Расхождения между двумя параллельными определениями содержания кальция в испытуемой присадке или масле не должны превышать ±4% от среднего арифметического полученных результатов.

Замена

ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 6236—58 в части стаканов и колб и ГОСТ 8534—57.
ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—59.
ГОСТ 8613—64 введен взамен ГОСТ 8613—57.
ГОСТ 1277—63 введен взамен ГОСТ 1277—41.
ГОСТ 3760—64 введен взамен ГОСТ 3760—47.
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
ГОСТ 4527—65 введен взамен ГОСТ 4527—48.

gost.e-ecolog.ru