Издание официальное

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Присадки типа диалкилдитиофосфатов цинка МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЦИНКА Additives of the zinc dialkyl dithiophosphate type. Method for the determination of zinc content	ГОСТ 12060—66 Группа Б99

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания цинка в присадках типа диалкилдитиофосфатов цинка.

Метод заключается в переводе цинка, входящего в состав присадки, в хлористый цинк путем обработки присадки соляной кислотой и последующего количественного определения методом комплексонометрического титрования.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на присадки для моторных масел.

I. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1. 1. При определении цинка в присадке применяют:

делительную воронку (с притертой пробкой) вместимостью 250 *мл*;

меры вместимости стеклянные по ГОСТ 1770—64:

мерную колбу на 250 *мл*, микробюретку на 10 *мл*, пипетку на 10 *мл*, цилиндры измерительные с носиком на 10 и 50 *мл*;

колбы конические вместимостью 250 *мл* по ГОСТ 10394—63;

растворитель, для приготовления которого смешивают в соотношении 2 : 3 (по объему) изооктиловый (2-этилгексиловый) спирт с н-гексаном или н-гептаном;

спиртовую соляную кислоту, для приготовления которой смешивают в соотношении 1 : 4 (по объему) соляную кислоту по ГОСТ 3118—46, «х. ч.» или «ч. д. а.» с изопропиловым спиртом;

водный изопропиловый спирт, для приготовления которого смешивают в соотношении 1 : 1 (по объему) изопропиловый спирт с дистиллированной водой по ГОСТ 6709—53;

буферный раствор, для приготовления которого растворяют 54 *г* хлористого аммония по ГОСТ 3773—60, «ч. д. а.» или «х. ч.» и 350 *мл* 25%-ного аммиака по ГОСТ 3760—64, «ч. д. а.» в дистиллированной воде, и объем доводят до 1 *л*;

Внесен Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 28/V 1966 г.	Срок введения 1/X 1966 г. на срок до 1/I 1968 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

комплексон III (трилон Б) по ГОСТ 10652—63, 0,0125 *М* водный раствор;

индикатор эриохром черный Т в смеси с хлористым натрием по ГОСТ 4233—66, «ч. д. а.» в соотношении 1 : 100 (по весу);

калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, «ч. д. а.» или «х. ч.»;

универсальную индикаторную бумагу.

1. 2. Для каждой новой партии реактивов, включая дистиллированную воду, проводят контрольный опыт по пп. 2.1 и 3.1 без навески присадки. При обнаружении цинка реактивы заменяют.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. 1. Навеску присадки в 0,1—0,3 *г* взвешивают по разности с точностью до 0,0002 *г* в делительную воронку, куда предварительно наливают 40—50 *мл* растворителя. После растворения присадки в воронку добавляют 10 *мл* спиртовой соляной кислоты и взбалтывают в течение 1 *мин*. Добавляют 30 *мл* водного изопропилового спирта и взбалтывают в течение 30 *сек*. Затем оставляют в покое до разделения слоев и нижний слой спускают в мерную колбу. Повторяют экстрагирование еще два раза, нижние слои сливают в ту же колбу. Затем в делительную воронку добавляют 30 *мл* воды и после взбалтывания и отстаивания нижний слой сливают в ту же колбу. Промывание водой повторяют, затем проводят экстрагирование и последующее промывание водой еще два раза, в каждом случае нижний слой сливают в ту же колбу, а колбу оставляют стоять до просветления раствора. Верхний органический слой осторожно удаляют пипеткой. Уровень жидкости в мерной колбе доводят до метки и перемешивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3. 1. Для определения цинка из мерной колбы отбирают пипеткой аликвотную часть (10—100 *мл*) раствора в коническую колбу и разбавляют водой до 100 *мл*. Определяют pH по индикаторной бумаге. Если pH меньше 6, добавляют твердый КОН до значения pH 6—7, после чего приливают 2 *мл* буферного раствора, pH образца должен быть 8—10. Далее вносят индикатор на кончике шпателя (около 50 *мг*), цвет раствора при этом должен быть вишневым. Титруют раствором комплексона до чисто синей окраски (без фиолетового оттенка), записывают объем раствора комплексона, пошедший на титрование. Титрование проводят для двух параллельных проб и берут среднее арифметическое значение из двух определений.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЯ

4. 1. Содержание цинка в испытуемой присадке (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V_1 \cdot G_1 V_2}{V_3 G} \cdot 100,$$

где:

V_1 — объем раствора комплексона, пошедший на титрование, в *мл*;

V_2 — общий объем экстракта в *мл*;

V_3 — объем аликвотной части экстракта в *мл*;

G — навеска присадки в *мг*.

G_1 — количество миллиграммов цинка, соответствующее 1 *мл* раствора комплексона; при концентрации раствора 0,0125 M $G = 0{,}8172$ *мг* цинка.

gost.e-ecolog.ru