

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СМАЗКИ ПЛАСТИЧНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ МЫЛ, МИНЕРАЛЬНОГО МАСЛА И ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ

ГОСТ 5211—85

Издание официальное

БЗ 1—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.892:743.06:006.354 Группа Б39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СМАЗКИ ПЛАСТИЧНЫЕ

Метод определения массовой доли мыл, минерального масла и высокомолекулярных органических кислот

Lubricating greases. Method for determination of soap, mineral oil and high-molecular organic acids percentage

ГОСТ 5211—85*

Взамен ГОСТ 5211—50

ОКСТУ 0209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 790 дата введения установлена

01.01.86

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли мыл, связанных и свободных высокомолекулярных органических кислот и минерального масла в пластичных смазках.

Сущность метода заключается в растворении смазки в толуоле, осаждении мыл ацетоном, определении мыл и масла взвешиванием и свободных высокомолекулярных органических кислот титрованием масла.

Связанные высокомолекулярные органические кислоты определяют разложением мыл соляной кислотой и выделением кислот.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

1.1. Посуда мерная лабораторная:

бюретки 1—1—25—0,05 или 1—1—25—0,1, или 1—2—25—0,05, или 1—2—25—0,1, или 3—2—25—0,05, или 3—2—25—0,1, или 3—2—50—0,1 по ГОСТ 29251—91;

цилиндры 1—10 или 1—25, или 4—25 по ГОСТ 1770—74.

1.2. Чашка фарфоровая выпарительная № 4 или 5 по ГОСТ 9147—80.

1.3. Шпатель.

1.4. Колба Кн-1—100—14/23 ТС или Кн-1—100—19/26 ТС, или Кн-1—100—29/32 ТС, или Кн-1—250—19/26 ТС, или Кн-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

1.5. Стекло часовое диаметром 125—175 мм (по диаметру фарфоровой чашки).

1.6. Холодильник ХОСВО 10 ХС или ХОСВО 16 ХС по ГОСТ 25336—82.

1.7. Холодильник ХПТ-1—300—14/23 ХС или ХШ-1—300—29/32 ХС, или ХШ-1—400—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

1.8. Воронка ВД-1—250 ХС по ГОСТ 25336—82.

1.9. Воронки В-56—80 ХС или В-75—110 ХС, или В-75—140 ХС, или В-75—170 ХС по ГОСТ 25336—82.

1.10. Промывалка вместимостью 500—1000 $см^3$ с резиновой грушей.

1.11. Эксикатор 2—135 или 2—163, или 2—215, или 2—253 по ГОСТ 25336—82.

1.12. Стеклянные палочки длиной 150—200 мм, диаметром 3—4 мм с оплавленными концами.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Переиздание (июль 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1988 г. (ИУС 7—88)

© Издательство стандартов, 1985
© ИПК Издательство стандартов, 1998

1.13. Пластинки стеклянные.

1.14. Баня водяная или электроплитка с закрытой спиралью.

1.15. Воронка для горячего фильтрования.

1.16. Шкаф сушильный или термостат с температурой нагрева 120—125 °С.

1.17. Насос водоструйный по ГОСТ 25336—82 или иной, создающий разрежение.

1.18. Весы лабораторные 2-го класса точности с пределом взвешивания до 200 г по ГОСТ 24104—88 или другого аналогичного типа.

1.19. Толуол, ч.д.а. или х.ч., по ГОСТ 5789—78.

1.20. Ацетон (реактив) по ГОСТ 2603—79.

1.21. Спирт этиловый ректификованный 95—96 %-ный по ГОСТ 5962—67.

1.22. Смеси спирто-толуольные 1:4 и 1:9 (по объему).

1.23. Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х.ч. или ч.д.а., 10 %-ный раствор.

1.24. Гидроокись калия по ГОСТ 24363—80, х.ч. или ч.д.а., спиртовые растворы 0,1 и 0,5 моль/дм^3.

1.25. Индикатор метиловый оранжевый, 0,02 %-ный раствор.

1.26. Фенолфталеин, 1 %-ный спиртовой раствор.

1.27. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

1.28. Фильтры беззольные «белая лента» диаметром 110—125 мм.

При отсутствии ацетона, соответствующего указанному стандарту, допускается применять технический ацетон после следующей обработки: ацетон сушат свежепрокаленным хлористым кальцием в течение 24 ч, переливают в круглодонную колбу, добавляют марганцовокислого калия (8—10 г на 1 дм^3), углекислый натрий (1,5—2 г на 1 дм^3); вводят несколько капилляров и перегоняют с игольчатым дефлегматором на водяной бане. При перегонке отбирают фракцию 55,5—57,5 °С при барометрическом давлении $101{,}3 \cdot 10^3$ Па. При смешении 1 объема перегнанного ацетона с 5 объемами безводного толуола не должно быть мути. При появлении мути ацетон дополнительно сушат хлористым кальцием или сульфатом натрия.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Отбор проб — по ГОСТ 2517—85.

С поверхности пробы испытуемой смазки шпателем снимают и отбрасывают верхний слой. Затем в нескольких местах (не менее трех) берут точечные пробы, в равных количествах, не вблизи стенок сосуда. Пробы складывают вместе в фарфоровую чашку, тщательно размешивают и закрывают часовым стеклом.

Масса объединенной пробы должна быть не менее 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. В коническую колбу вместимостью 250 см^3 берут пробу испытуемой смазки 1—2 г с погрешностью не более 0,002 г.

Приливают 5 см^3 толуола и растворяют смазку сначала при комнатной температуре, а затем с обратным холодильником при легком нагревании (не допуская кипения толуола) на водяной бане или на электроплитке до полного растворения. Охлаждают раствор до комнатной температуры.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Определение массовой доли мыл

3.1.1. В толуольный раствор смазки приливают по каплям из бюретки 50 см^3 ацетона при непрерывном равномерном перемешивании вращением колбы, не отрывая ее от стола.

3.1.2. Колбу с содержимым оставляют в покое на 1 ч, а затем фильтруют через смоченный ацетоном на воронке беззольный фильтр в доведенную до постоянной массы другую коническую колбу вместимостью 250 см^3.

Первую колбу и осадок на фильтре промывают несколько раз горячим ацетоном до полного удаления масла. Это определяют сравнением следов после испарения капель фильтрата и чистого ацетона, нанесенных на стеклянную пластинку.

Осадок должен быть постоянно смочен растворителем, поэтому его нельзя оставлять на фильтре до следующего дня.

3.1.3. После полного удаления масла, не давая просохнуть фильтру, стеклянную воронку с фильтром и осадком помещают в воронку для горячего фильтрования и растворяют осадок много-

кратной обработкой подогретой спирто-толуольной смесью 1:9, фильтруя раствор в доведенную до постоянной массы третью коническую колбу вместимостью 250 см^3.

Первую колбу промывают два-три раза той же горячей спирто-толуольной смесью, перенося промывную жидкость на фильтр с осадком.

Обработку осадка на фильтре спирто-толуольной смесью производят до полного удаления мыл. Это определяют сравнением следов после испарения капель фильтрата и чистого растворителя, нанесенных на стеклянную пластинку.

3.1.4. По окончании растворения мыл растворитель из колбы отгоняют на водяной бане или на электроплитке с холодильником для перегонки.

3.1.5. Колбу с выделенными мылами выдерживают в термостате при 120—125 °С или под вакуумом при 85 °С до получения расхождений между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г.

3.1.6. Массовую долю мыл в испытуемой смазке (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100,$$

где m_1 — масса колбы с выделенными мылами, г;

m_2 — масса чистой и сухой колбы, г;

m_3 — масса пробы, г.

3.2. Определение массовой доли связанных высокомолекулярных органических кислот

3.2.1. В колбу с высушенными мылами приливают 10—20 см^3 толуола и оставляют на 10—12 ч для набухания мыл. Затем колбу с содержимым нагревают с обратным холодильником на водяной бане или электроплитке до полного растворения мыл.

3.2.2. Наливают в делительную воронку 2—3 см^3 10 %-ного раствора соляной кислоты и переносят количественно в воронку толуольный раствор мыл из колбы.

Колбу промывают последовательно 5—10 см^3 толуола, 2—3 см^3 10 %-ного раствора соляной кислоты и дистиллированной водой.

Все промывные жидкости сливают к раствору в делительной воронке.

Затем колбу сушат в термостате при 120—125 °С для удаления следов влаги и промывают нагретым до 50—60 °С толуолом, который сливают в ту же делительную воронку. Воронку встряхивают несколько раз, осторожно подогревают ее над электроплиткой (вращая воронку) до начала кипения толуола и ставят для отстоя.

3.2.3. После разделения слоев нижний (водный) слой опускают в другую делительную воронку, а верхний (толуольный) слой промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому.

Промывные воды сливают во вторую делительную воронку в водный раствор, который затем дважды промывают толуолом по 5—10 см^3.

Водный слой из воронки отбрасывают, а промывной толуол после промывки его дистиллированной водой (по 10 см^3 каждая порция) приливают к толуольному раствору в первой делительной воронке.

3.2.4. Толуольный раствор из делительной воронки сливают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, и полностью отгоняют толуол на электроплитке с холодильником для перегонки.

К остатку в колбе приливают 5 см^3 этилового спирта, затем его испаряют. Дальнейшие операции проводят по п. 3.1.5.

3.2.5. Массовую долю связанных высокомолекулярных органических кислот в испытуемой смазке (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100,$$

где m_1 — масса колбы с выделенными кислотами, г;

m_2 — масса чистой и сухой пробы, г;

m_3 — масса пробы, г.

3.3. Определение кислотного числа высокомолекулярных органических кислот

3.3.1. В колбу с высушенными кислотами приливают 20—25 см^3 этилового спирта и титруют

0,5 моль/дм^3 спиртовым раствором гидроокиси калия в присутствии фенолфталеина в качестве индикатора до неисчезающего в течение нескольких минут слабо-розового окрашивания.

3.3.2. Кислотное число (КЧ) высокомолекулярных органических кислот смазки вычисляют по формуле

$$КЧ = \frac{V \cdot T}{m},$$

где V — объем 0,5 моль/дм^3 раствора КОН, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр 0,5 моль/дм^3 раствора КОН, мг;

m — масса выделенных кислот, г.

3.4. Определение массовой доли масла

3.4.1. Растворитель из второй конической колбы (п. 3.1.2) отгоняют полностью на водяной бане или на электроплитке с холодильником для перегонки.

Колбу с оставшимся маслом сушат в термостате при 100—105 °С или под вакуумом при 70 °С до получения расхождений между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,005 г.

3.4.2. Массовую долю минерального масла в испытуемой смазке (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100,$$

где m_1 — масса колбы с выделенным маслом, г;

m_2 — масса чистой и сухой колбы, г;

m_3 — масса смазки, г.

3.5. Определение массовой доли свободных высокомолекулярных органических кислот

3.5.1. В колбу с высушенным маслом приливают 20—25 см^3 спирто-толуольной смеси 1:4 и титруют 0,1 моль/дм^3 спиртовым раствором гидроокиси калия в присутствии фенолфталеина в качестве индикатора до неисчезающего в течение нескольких минут слабо-розового окрашивания.

3.5.2. Массовую долю свободных высокомолекулярных органических кислот в испытуемой смазке (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V \cdot T}{m \cdot КЧ} \cdot 100,$$

где V — объем 0,1 моль/дм^3 раствора КОН, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр 0,1 моль/дм^3 раствора КОН, мг;

КЧ — кислотное число связанных высокомолекулярных органических кислот смазки;

m — масса смазки, г.

Если кислотное число по п. 3.2.2 не вычисляют, то его принимают равным 200 (для кислот смазок, приготовленных на растительных и животных жирах) и 140 (на синтетических кислотах).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю мыл, связанных высокомолекулярных органических кислот минерального масла и свободных высокомолекулярных органических кислот в испытуемой смазке вычисляют как среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

4.2. Расхождения между двумя параллельными определениями массовой доли связанных высокомолекулярных органических кислот и масла не должны превышать 1 %.

4.3. Расхождения между двумя параллельными определениями массовой доли свободных органических кислот не должны превышать 0,1 %.

4.4. Два результата определения массовой доли мыл, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,7 %.

4.5. Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 2,8 %.

4.4, 4.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.07.98. Подписано в печать 20.08.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,53. Тираж 144 экз.
С/Д 6328. Зак. 686.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru