

СОДЕРЖАНИЕ

1. Аппаратура, реактивы и материалы
2. Подготовка к испытанию
3. Проведение испытания
4. Обработка результатов
5. Точность метода испытаний

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СМАЗКИ ПЛАСТИЧНЫЕ

Метод определения свободных щелочей и свободных органических кислот

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

ГОСТ
6707-76
Взамен
ГОСТ 6707-57

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

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 Кн-1-250-24/29 ТХС и переход П1-1-24/29-14/23 ТС по ГОСТ 25336-82 или колбу Кн-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 см³ и стаканы 1 - 6 вместимостью 25, 50, 150, 250, 400, 600 см³ по ГОСТ 9147-80;

цилиндры по ГОСТ 1770-74, вместимостью 25, 50 и 100 см³;

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 тетраэтил-свинца;

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/дм³;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, х. ч. или ч. д. а., титрованный раствор 0,1 моль/дм³;

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](#).

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 гидроксида 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 гидроксида калия до появления слабо-розового окрашивания.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свободных щелочей в пересчете на гидроксида 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 гидроксида 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 КОН 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 КООН на 1 г смазки или 0,01 % оценивается как отсутствие в смазке свободных органических кислот.

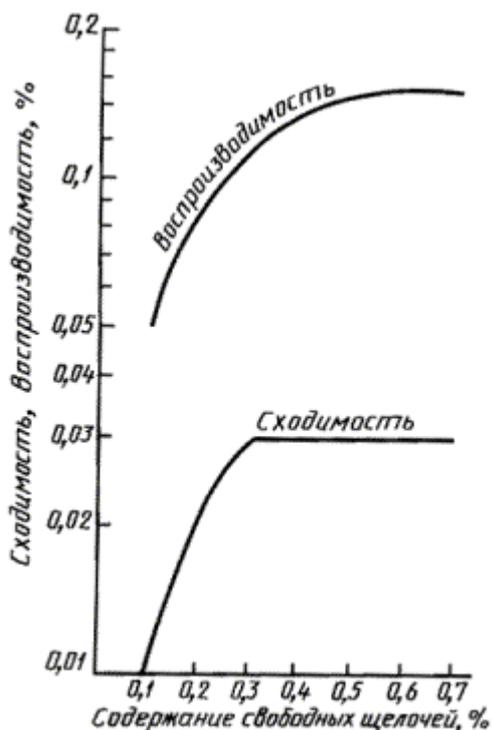
4.6. За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

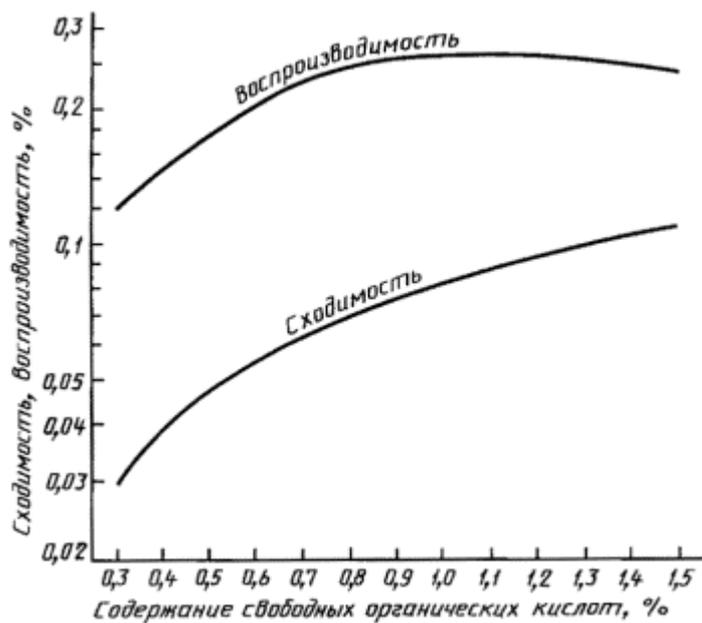
5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА ИСПЫТАНИЙ

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).

СОДЕРЖАНИЕ

1. Аппаратура, реактивы и материалы
2. Подготовка к испытанию
3. Проведение испытания
4. Обработка результатов
5. Точность метода испытаний