Издание официальное

СССР — Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Присадки и масла с присадками МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ БАРИЯ	**ГОСТ 7187—58** Взамен ГОСТ 7187—54 Группа Б99

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания бария в присадках и смазочных маслах с присадками, заключающийся в озолении навески испытуемого продукта, растворении золы в серной кислоте, выделении из раствора добавлением воды сернокислого бария и по количеству полученного сернокислого бария определении содержания бария в испытуемом продукте.

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

I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При проведении определения применяют следующую аппаратуру, реактивы и материалы:

а) аппаратура, применяемая при определении зольности нефтепродуктов по ГОСТ 1461—59, с использованием фарфоровых тиглей низкой формы № 6 вместо № 5;

б) шкаф сушильный с температурой нагрева 105—110° С;

в) цилиндры измерительные вместимостью 10 *мл* по ГОСТ 1770—64;

г) стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 10394—63 вместимостью 100 и 400 *мл*;

д) воронки стеклянные диаметром 50—80 *мм*;

е) промывалки вместимостью 500 *мл*;

ж) пробирки стеклянные диаметром 15—20 *мм*, длиной 150—200 *мм*;

Внесен Министерством автомобильного транспорта и шоссейных дорог РСФСР	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 18/X 1958 г.	Срок введения 1/VII 1959 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

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

и) стекла часовые;

к) тигли фарфоровые низкой формы № 3 или 4 по ГОСТ 9147—59 или платиновые тигли;

л) кислота соляная по ГОСТ 3118—46, «х. ч.» или «ч. д. а.», разбавленная водой 1 : 1 и 1 : 3;

м) кислота азотная по ГОСТ 4461—48, «х. ч.» или «ч. д. а.»;

н) кислота серная по ГОСТ 4204—66, «х. ч.» или «ч. д. а.»;

о) барий хлористый по ГОСТ 4108—65, «х. ч.» или «.ч д. а.» 10%-ный водный раствор;

п) фильтры беззольные «синяя лента» (или в два слоя «белая лента»);

р) вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

II. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. В фарфоровый тигель низкой формы № 6 наливают соляную кислоту, разбавленную водой 1 : 3, и кипятят в течение нескольких минут, после чего кислоту выливают, тигель ополаскивают дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу при 105—110° С.

3. Пробу испытуемого продукта перемешивают встряхиванием в течение 5 *мин* в бутылке, заполненной не более чем на $^3/_4$ ее емкости.

Вязкие и парафинистые продукты предварительно нагревают до 40—50° С.

III. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. В фарфоровый тигель № 6, подготовленный по п. 2 берут с точностью до 0,01 *г* навеску испытуемого продукта в количестве 5 *г* — при испытании присадок и в количестве 25 *г* — при испытании масел с присадками, и проводят выпаривание и озоление масла в соответствии с ГОСТ 1461—59, за исключением времени озоления при 550±20° С, которое сокращается до 1 *ч*.

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

5. В тигель с золой добавляют 5 *мл* соляной кислоты, разбавленной водой 1 : 1, и нагревают тигель на покрытой асбестом электрической плитке почти до полного выпаривания полученного раствора, затем в тигель под часовым стеклом добавляют 2—3 *мл* азотной кислоты и 5 *мл* серной кислоты и снова нагревают до появления густых белых паров.

Полученный раствор должен быть бесцветный и прозрачный и не должен содержать нерастворившегося осадка.

Если раствор не обесцветился или имеется нерастворившийся осадок, тигель охлаждают, добавляют под стеклом еще 2—3 *мл* азотной кислоты и нагревают до появления густых белых паров и полного растворения осадка.

Если полученный раствор непрозрачный, вследствие перехода в золу испытуемого продукта кремневой кислоты из глазури тигля из-за несоблюдения установленной температуры озоления, анализ повторяют, строго выдерживая температуру озоления не выше 570° С.

6. Полученный прозрачный раствор охлаждают и осторожно переносят в стакан вместимостью 400 *мл*, в который налито 100 *мл* дистиллированной воды и 2 *мл* соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Остаток раствора из тигля струей воды из промывалки смывают в тот же стакан. Осадок сернокислого бария, выпавший при соприкосновении раствора с водой и осевший на стенках тигля, с помощью воды и стеклянной палочки с резиновым наконечником также полностью переносят в стакан.

Стакан, сразу же после переливания в него основной части раствора из тигля, покрывают часовым стеклом, ставят на электрическую плитку, покрытую асбестом, нагревают до кипения и кипятят в течение 5—10 *мин*.

Затем стакан оставляют при слабом нагревании, так чтобы жидкость не кипела, на 1,5—2 *ч* или оставляют на ночь в теплом месте.

7. Выпавший осадок сернокислого бария отфильтровывают через обеззоленный фильтр, сливая сначала на фильтр прозрачную жидкость с осадка и собирая фильтрат в чистый стакан. Когда большая часть прозрачной жидкости пройдет через фильтр, фильтрат сливают и под воронку ставят порожний стакан. Затем осадок из стакана полностью переносят на фильтр при помощи струи дистиллированной воды из промывалки.

В случае если осадок начнет проходить через фильтр, фильтрат снова пропускают через фильтр и повторяют эту операцию до тех пор, пока фильтрат не станет совершенно прозрачным.

Осадок на фильтре промывают небольшими порциями теплой (30—40° С) дистиллированной воды и проверяют полноту промывки добавлением к последней порции промывной воды, отобранной в пробирку, двух капель 10%-ного раствора хлористого бария. Если при этом не выпадет осадок сернокислого бария, промывку считают законченной.

8. Убедившись в полноте отмывки, фильтр с осадком снимают с воронки, складывают вчетверо и переносят в предварительно взвешенный и доведенный до постоянного веса фарфоровый тигель № 3 и ставят его на край муфельной печи при открытой дверке и обугливают фильтр при возможно низкой температуре и свободном доступе

воздуха. Доводить тигель до красного каления и допускать воспламенение фильтра при этом нельзя.

Когда обугливание закончится, прокаливают тигель с осадком при 600° С в течение 15—20 *мин* до полного сгорания углерода. После этого тиглю дают немного остыть на воздухе, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,0002 *г*. Указанные операции повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более чем 0,0004 *г*. Последний вес осадка в тигле является весом выделенного сернокислого бария.

IV. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

9. Содержание бария в испытуемой присадке или масле с присадкой в процентах (X) лычисляют по формуле:

$$X = \frac{G_1 \cdot 0{,}5885}{G_2} \cdot 100,$$

где:

G_1 — вес выделенного сернокислого бария в *г*;

G_2 — навеска испытуемой присадки или масла в *г*;

0,5885 — коэффициент для пересчета веса выделенного сернокислого бария на вес бария.

10. Содержание бария в испытуемой присадке или масле с присадкой вычисляют как среднее арифметическое значение из двух параллельных определений.

V. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

11. Расхождения между результатами параллельных определений содержания бария в испытуемых продуктах не должны превышать ±4% от среднего арифметического значения полученных результатов.

Замена

ГОСТ 1461—59 введен взамен ГОСТ 1461—52.
ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—51.
ГОСТ 9147—59 введен взамен ГОСТ 628—41.
ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 8534—57.
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
ГОСТ 4108—65 введен взамен ГОСТ 4108—48.
