

**Изменение № 3 ГОСТ 13538—68 Присадки и масла с присадками. Метод определения содержания бария, кальция и цинка комплексометрическим титрованием**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.06.86 № 1754 срок введения установлен**

**с 01.11.86**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0209.

Пункт 1.1 изложить в новой редакции (кроме чертежа): «1.1. Для определения содержания бария, кальция и цинка в присадках и маслах с присадками должны применяться:

прибор для разложения (черт. 1), изготовленный из термостойкого стекла и состоящий из колбы 1 вместимостью 500 см<sup>3</sup>, дефлегматора 2, пары из которого отводятся в вытяжной шкаф резиновой трубкой; загрузочной воронки 3 вместимостью около 70 см<sup>3</sup> и нагревательной части 4 с внутренней трубкой, служащей для увеличения конвекции; на нагревательной части делают обмотку из нихромовой проволоки диаметром 0,1 мм и длиной 280 см, которую покрывают тонким слоем огнеупорной глины, затем слоем асбестовой крошки 10—15 мм, высушивают.

При отсутствии прибора для разложения применяют колбу типа Кн-1—250—19/26ТС или Кн-1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82 с пришлифованным к ней холодильником типа ХШ-1—200—19/26ХС или ХШ-1—300—29/32ХС по ГОСТ 25336—82. Колба обогревается электроплиткой;

лабораторный автотрансформатор типа ЛАТР-2 для регулировки нагрева прибора для разложения;

- посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74;
- цилиндры исполнения 1 вместимостью 50, 100 и 1000 см<sup>3</sup>;
- колбы исполнения 2 вместимостью 50, 100, 200, 250 и 1000 см<sup>3</sup>;
- приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74;
- пипетки исполнения 2 вместимостью 10 и 25 см<sup>3</sup>;
- бюретки исполнения 1 вместимостью 10 см<sup>3</sup>;
- посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336—82;
- колбы конические типа Кн, КШ исполнения 1, вместимостью 250 см<sup>3</sup>;
- стаканы вместимостью 400—600 см<sup>3</sup>;
- воронки стеклянные типа В-56—80ХС; В-75—110ХС и типа ВЛ-1—250ХС;
- пробирки стеклянные;
- палочки стеклянные длиной 150—200 мм с оплавленными концами и резиновыми наконечниками;
- капельница лабораторная стеклянная 2—25;
- часовые стекла по диаметру стеклянных стаканов и тиглей;
- промывалки вместимостью 500—1000 см<sup>3</sup> с резиновой грушей;
- эксикатор исполнения 2;
- ступка фарфоровая № 1, 2 или 3 и тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80;
- баня водяная;
- электроплитка с закрытой спиралью;
- кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х.ч. или ч.д.а., концентрированная, 6 моль/дм<sup>3</sup> раствор;
- аммиак водный по ГОСТ 3760—79, раствор, разбавленный 1:1;
- калий хлористый по ГОСТ 4234—77, х.ч.;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х.ч.;
- натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, х.ч.;
- калия гидроокись, х.ч., 4 моль/дм<sup>3</sup>, раствор;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х.ч., раствор, 0,5 моль/дм<sup>3</sup>;
- трилон Б (комплексон III, двунариевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652—73, 0,025 моль/дм<sup>3</sup> титрованный раствор;
- индикатор кислородный оранжевый, 0,5%-ный раствор (хранят в темной склянке не более 15 сут);

(Продолжение см. с. 56)

индикатор мурексид: смесь готовят следующим образом: мурексид смешивают с хлористым калием или хлористым натрием, тщательно растирают в ступке в соотношении 1:100;

индикатор эриохром черный Т (хромоген черный ЕТ-00);

смесь готовят следующим образом: индикатор в смеси с хлористым калием (или хлористым натрием) тщательно растирают в ступке в соотношении 1:100;

индикатор флуорексон;

смесь индикаторов мурексида и флуорексона; готовят следующим образом: индикаторы в соотношении 1:1 тщательно растирают в ступке с хлористым калием (1:100);

смесь индикаторов тимолфталеина и флуорексона; готовят следующим образом: 0,1 г тимолфталеина тщательно растирают в ступке с 0,1 г флуорексона и 20 г хлористого калия;

магний хлористый по ГОСТ 4209—77, х.ч. или ч.д.а., 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствор;

аммоний серноокислый по ГОСТ 3769—78, х.ч., 20%-ный раствор;

барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х.ч., 10%-ный раствор;

цинк по ГОСТ 3640—79 марки ЦВ или ЦО; или цинк гранулированный;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, концентрированная;

спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006—78;

толуол нефтяной по ГОСТ 14710—78 или

толуол по ГОСТ 5789—78;

триэтаноламин для лабораторных работ, разбавленный водой в соотношении 1:4;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

бумага индикаторная универсальная рН 0—10;

фильтры обеззолненные плотные для тонких осадков типа синяя лента;

весы аналитические любого типа, обеспечивающие определение массы с погрешностью не более 0,0002 г;

печь муфельная;

щипцы».

Пункт 2.1. Первый абзац. Исключить слово: «металлического». Заменить значение: 6 н. на 6 моль/дм<sup>3</sup>.

Пункты 2.2, 2.3, 2.4. Заменить значение: 0,05 н. на 0,025 моль/дм<sup>3</sup> (5 раз).

Пункт 2.5 изложить в новой редакции: «2.5. Установление поправочного коэффициента раствора хлористого магния по 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствору трилона Б.

В три конические колбы вносят пипеткой по 10 см<sup>3</sup> 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, добавляют по 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, по 5 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора и 0,02—0,05 г смеси индикатора хромогена черного ЕТ-00 с хлористым калием или хлористым натрием (приготовленной по п. 1.1) до чистой сине-голубой окраски.

Титрование проводят 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствором хлористого магния из микробюретки до перехода сине-голубой окраски раствора в вишневую.

Поправочный коэффициент ( $K$ ) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_3}{V_4},$$

где  $V_3$  — объем 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, взятый для установления поправочного коэффициента, см<sup>3</sup>;

$V_4$  — объем раствора хлористого магния, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>.

Пункт 2.7. Примечание дополнить словом: «вручную».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить значение: 6 н. на 6 моль/дм<sup>3</sup>;

второй абзац. Заменить слово: «выключают» на «выключают, охлаждают в течение 10 мин».

Пункт 3.3. Третий абзац изложить в новой редакции: «Солянокислый раствор упаривают при температуре  $(100 \pm 5)^\circ\text{C}$  для удаления н-бутилового спирта и части воды до  $70\text{--}80\text{ см}^3$  и охлаждают до температуры окружающей среды».

Пункт 3.5.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Солянокислый раствор, содержащий барий, нагревают в стакане до кипения, добавляют  $15\text{ см}^3$  20%-ного раствора сернокислого аммония и кипятят 10—15 мин. Осадок после охлаждения раствора отфильтровывают через двойной фильтр и промывают дистиллированной водой с температурой  $60\text{--}80^\circ\text{C}$  до отсутствия ионов  $\text{SO}_4^{2-}$  (реакция с хлористым барием—отсутствие мути).

Фильтрат и промывные воды используют для определения кальция и цинка. В случае определения только бария фильтрат вместе с промывными водами выбрасывают»;

третий абзац изложить в новой редакции: «При испытании присадки в стакан с осадком и фильтром вносят  $100\text{ см}^3$   $0,025\text{ моль/дм}^3$  раствора трилона Б (с помощью мерной колбы или пипеткой),  $15\text{ см}^3$   $0,5\text{ моль/дм}^3$  раствора гидроксида натрия и  $50\text{ см}^3$  дистиллированной воды»;

четвертый абзац. Заменить слово: «количество» на «объем»;

таблица. Головку изложить в новой редакции:

| Массовая доля бария, % | Объем добавляемого $0,025\text{ моль/дм}^3$ раствора трилона Б, $\text{см}^3$ | Объем добавляемого $0,5\text{ моль/дм}^3$ раствора гидроксида натрия, $\text{см}^3$ |
|------------------------|---|---|
|------------------------|---|---|

шестой абзац. Заменить слова: «индикатора хромогена черного ЕТ-00» на «смеси индикатора хромогена черного ЕТ-00 с хлористым калием или хлористым натрием (приготовленной по п. 1.1)».

Пункты 3.5.2, 3.5.3. Заменить значение:  $0,05$  н. на  $0,025\text{ моль/дм}^3$ .

Пункт 3.5.3. Третий абзац изложить в новой редакции: «Раствор солянокислый, содержащий кальций, переносят из стакана в мерную колбу вместимостью  $250\text{ см}^3$ , объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Затем из колбы берут  $50\text{ см}^3$  раствора, вносят в стаканы и в каждый стакан добавляют  $50\text{ см}^3$  дистиллированной воды, нейтрализуют гидроокисью калия по универсальной бумаге до рН 10, приливают  $20\text{ см}^3$  гидроокиси калия (избыток) и проводят титрование  $0,025\text{ моль/дм}^3$  раствором трилона Б в присутствии  $0,02\text{--}0,05\text{ г}$  смеси индикаторов мурексида и флуорексона до перехода розовой с зеленым свечением окраски раствора до малиновой (зеленое свечение пропадает). Допускается проводить титрование в присутствии  $0,02\text{--}0,05\text{ г}$  смеси индикаторов тимолфталекона с флуорексоном, приготовленному по п. 1.1, до перехода светло-зеленой окраски к розовой (зеленое свечение пропадает)».

Пункты 3.6, 3.6.1, 3.7.1, 3.7.2 исключить.

Пункт 3.6.2 изложить в новой редакции: «3.6.2. *Определение кальция и цинка при их присутствии*

Солянокислый раствор, содержащий хлориды кальция и цинка (п. 3.5.1), обрабатывают как указано в п. 3.5.2.

Цинк определяют по п. 3.5.2.

Для определения кальция и цинка из мерной колбы отбирают аликвоту  $50\text{ см}^3$  солянокислого раствора, добавляют  $50\text{ см}^3$  дистиллированной воды. Полученный раствор нейтрализуют аммиаком (по каплям) до рН=8, вносят  $15\text{ см}^3$  аммиачно-буферного раствора и титруют раствором трилона Б  $0,025\text{ моль/дм}^3$  в присутствии  $0,02\text{--}0,05\text{ г}$  индикатора хромогена черного ЕТ-00 до перехода вишневой окраски раствора в сине-голубую».

Раздел 4. Наименование изложить в новой редакции: «4. **Обработка результатов**».

Пункт 4.1. Заменить слова: «коэффициент нормальности» на «поправочный коэффициент»;

шестой абзац. Заменить значение: 0,05 н. на 0,025 моль/дм<sup>3</sup>;

седьмой — десятый, двенадцатый, тринадцатый, пятнадцатый абзацы. Заменить значения: 0,05 н. на 0,025 моль/дм<sup>3</sup> (8 раз).

Пункт 4.2. Первый абзац дополнить словами: «если расхождение между ними не превышает установленную величину сходимости»;

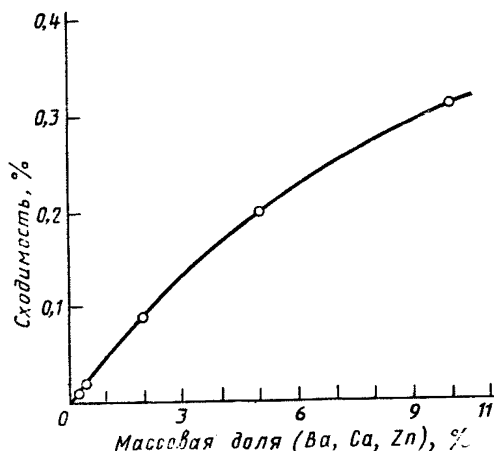
второй абзац исключить.

Стандарт дополнить разделом — 5:

#### «5. Точность метода

##### 5.1. Сходимость метода

Два результата определений, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений для большего результата, приведенного на черт. 2».



Черт. 2

(ИУС № 9 1986 г.)