

СССР — Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 7188—54
	Присадки и масла с присадками МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРА	
		Группа Б99

Настоящий стандарт распространяется на метод определения содержания хлора в присадках и моторных маслах с присадками.

Метод заключается в сжигании испытуемой присадки или масла со смесью Эшка (смесью окиси магния и углекислого натрия) и воздействии на образовавшиеся хлориды раствором азотнокислого серебра.

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

I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При проведении определения содержания хлора применяются следующая аппаратура, реактивы и материалы:

- а) тигли фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147—59;
- б) стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 10394—63 номинальной емкостью 300—500 мл;
- в) промывалка емкостью 500—1000 мл;
- г) воронки стеклянные под углом 60° диаметром 50—75 мм;
- д) проволока платиновая диаметром 1—1,5 мм или стеклянная палочка диаметром 3—5 мм;
- е) щипцы для тиглей длиной ~ 350 мм;
- ж) муфель электрический с устойчивой температурой не ниже 800° С;
- з) электрическая плитка, или тигельная печь, или горелка газовая или спиртовая;
- и) смесь Эшка по ГОСТ 5144—49;
- к) кислота азотная по ГОСТ 4461—48 «х. ч.» или «ч. д. а.»;
- л) серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—63, 0,1 н водный раствор;
- м) аммоний роданистый по ГОСТ 3768—64 «х. ч.» или «ч. д. а.», 0,1 н водный раствор;
- н) квасцы железоаммонийные, насыщенный раствор; для приготовления насыщенного раствора железоаммонийные квасцы по

Внесен Министерством нефтяной промышленности СССР	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 17/IX 1954 г.	Срок введения 1/IV 1955 г.
---	--	-------------------------------

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

ГОСТ 4205—48 «х. ч.» или «ч. д. а.» растворяют в воде при нагревании до насыщения; после охлаждения раствора выпавшие кристаллы отфильтровывают и раствор разбавляют азотной кислотой по ГОСТ 4461—48 до соломенно-желтого цвета;

- о) вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;
- п) асбест листовой.

II. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

2. Берут в тарированный фарфоровый тигель навеску испытуемой присадки или масла около 1 г с точностью до 0,01 г. Присадку или масло наливают в тигель осторожно, стараясь, чтобы верхний край тигля оставался чистым. В тигель насыпают 5 г смеси Эшка, взвешенной с точностью до 0,1 г, и содержимое тигля тщательно перемешивают платиновой проволокой или стеклянной палочкой до тех пор, пока смесь не станет однородной, без комочков, после чего полученную смесь дополнительно засыпают сверху 1,5 г смеси Эшка.

3. Ставят тигель с подготовленной смесью на электроплитку или в вырез асбестовой пластинки (при пользовании горелкой) и медленно нагревают около 1 ч до тех пор, пока не исчезнут темные пятна продукта на стенке тигля. При нагревании содержимое тигля изредка перемешивают платиновой проволокой или стеклянной палочкой.

Затем тигель с содержимым переносят в холодный муфель, который постепенно разогревают до 750—800° С (красное каление). При указанной температуре тигель прокачивают в течение 45—60 мин.

4. По окончании прокачивания тигель охлаждают, содержимое его разрыхляют платиновой или стеклянной палочкой и переносят в стеклянный стакан, тщательно смывая туда же горячей водой из промывалки оставшиеся в тигле частицы. Затем в стакан постепенно приливают азотную кислоту до полной прозрачности раствора.

5. К раствору в стакане приливают при постоянном перемешивании 10 мл 0,1 н раствора азотнокислого серебра. Избыток азотнокислого серебра в стакане оттитровывают в присутствии 1—2 мл насыщенного раствора железозаммонийных квасцов 0,1 н раствором роданистого аммония до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 10 мин.

6. Для установления содержания хлора в испытуемой присадке или масле проводят контрольный опыт по пп. 3—5 только с 6,5 г смеси Эшка без навески присадки или масла.

III. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

7. Содержание хлора в испытуемой присадке или масле в процентах (Cl) вычисляют по формуле:

$$\text{Cl} = \frac{[(V_1 - V_2) - (V_3 - V_4)] \cdot 0,00355}{G} \cdot 100,$$

где:

- V_1 — объем раствора азотнокислого серебра (в пересчете на точно 0,1 н раствор), прилитого к испытуемому раствору, в *мл*;
- V_2 — объем раствора роданистого аммония (в пересчете на точно 0,1 н раствор), пошедшего на титрование испытуемого раствора, в *мл*;
- V_3 — объем раствора азотнокислого серебра (в пересчете на точно 0,1 н раствор), прилитого к контрольному раствору, в *мл*;
- V_4 — объем раствора роданистого аммония (в пересчете на точно 0,1 н раствор), пошедшего на титрование контрольного раствора, в *мл*;
- 0,00355 — количество хлора, соответствующее 1 *мл* точно 0,1 н раствора азотнокислого серебра, в *г*;
- G — навеска испытуемой присадки или масла в *г*.

8. Содержание хлора в испытуемой присадке или масле вычисляются как среднее арифметическое двух параллельных определений.

IV. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

9. Расхождения между параллельными определениями не должны превышать $\pm 5\%$ от среднего арифметического сравниваемых результатов.

Замена

- ГОСТ 9147—59 введен взамен ГОСТ 628—41.
- ГОСТ 6236—58 введен взамен ГОСТ 3184—46 в части посуды из стекла «Пирекс».
- ГОСТ 8534—57 введен взамен ГОСТ 3184—46 в части посуды из стекла марок 23 и 846.
- ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 6236—58 в части стаканов и колб и ГОСТ 8534—57.
- ГОСТ 1277—63 введен взамен ГОСТ 1277—41.
- ГОСТ 3768—64 введен взамен ГОСТ 3768—47.