

ГОСТ 13538—68

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

## **ПРИСАДКИ И МАСЛА С ПРИСАДКАМИ**

### **МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ БАРИЯ, КАЛЬЦИЯ И ЦИНКА КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИМ ТИТРОВАНИЕМ**

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й     С Т А Н Д А Р Т****ПРИСАДКИ И МАСЛА С ПРИСАДКАМИ****Метод определения содержания бария, кальция и цинка  
комплексометрическим титрованием****ГОСТ  
13538—68****Additives and lubricating oils with additives.  
Method for determination of barium, calcium and zinc  
contents by complexometric titration**

ОКСТУ 0209

Дата введения **01.01.69**

Настоящий стандарт распространяется на присадки и масла с присадками и устанавливает метод определения массовых долей бария, кальция и цинка.

Метод заключается в разложении солей металлов, содержащихся в присадках и маслах с присадками, или в их золе, соляной кислотой и комплексометрическом оттитровывании бария, кальция и цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

**1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ**

1.1. Для определения массовых долей бария, кальция и цинка в присадках и маслах с присадками должны применяться:

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

лабораторный автотрансформатор типа ЛАТР-2 для регулировки нагрева прибора для разложения; посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770;

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>;

пипетки исполнения 2 вместимостью 10 и 25 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227;

бюретки исполнения 1 вместимостью 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29251;

посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336;

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;

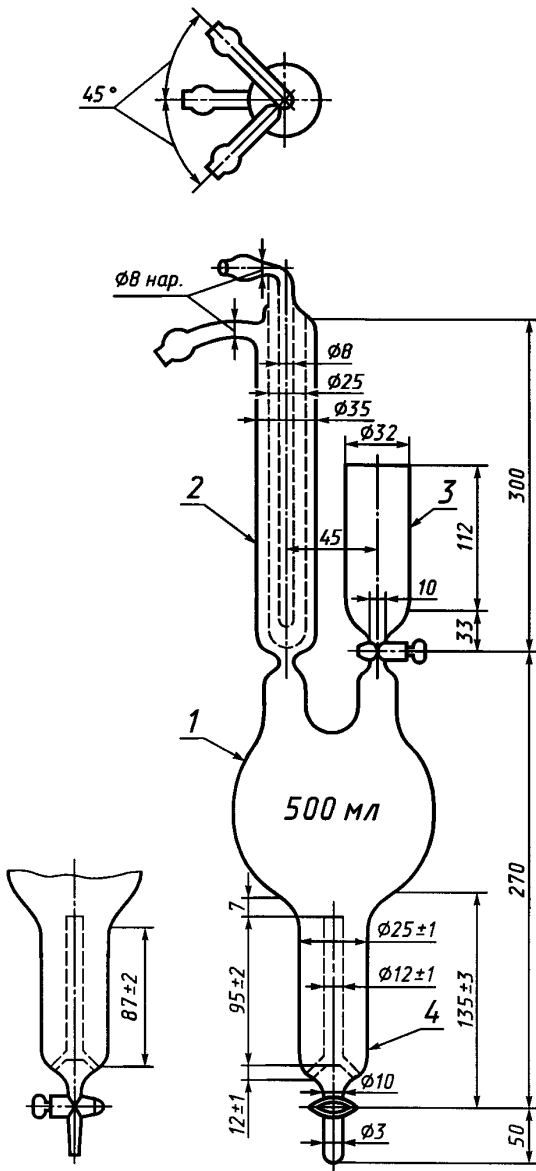
палочки стеклянные длиной 150—200 мм с оплавленными концами и резиновыми наконечниками;

капельница лабораторная стеклянная 2—25;

часовые стекла по диаметру стеклянных стаканов и тиглей;

промывалки вместимостью 500—1000 см<sup>3</sup> с резиновой грушей;

## Прибор для разложения



Черт. 1

спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006;

толуол нефтяной по ГОСТ 14710 или

толуол по ГОСТ 5789;

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

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

бумага индикаторная универсальная рН 0—10;

фильтры обеззоленные плотные для тонких осадков типа «синяя лента»;

весы лабораторные общего назначения и пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности;

печь муфельная;

щипцы.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

эксикатор исполнения 2;

ступка фарфоровая № 1, 2 или 3 и тигли фарфоровые по ГОСТ 9147;

баня водяная;

электроплитка с закрытой спиралью;

кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч. или ч.д.а., концентрированная, 6 моль/дм<sup>3</sup> раствор;

аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор, разбавленный 1:1;

калий хлористый по ГОСТ 4234, х.ч.;

натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, х.ч.;

калия гидроокись, х.ч., 4 моль/дм<sup>3</sup>, раствор;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., раствор 0,5 моль/дм<sup>3</sup>;

трилон Б (комплексон III, двунариевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652, 0,025 моль/дм<sup>3</sup> титрованный раствор;

индикатор ксиленоловый оранжевый, 0,5 %-ный раствор (хранят в темной склянке не более 15 сут);

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

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

аммоний сернокислый по ГОСТ 3769, х.ч., 20 %-ный раствор;

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

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

кислота уксусная по ГОСТ 61, концентрированная;

## 2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

### 2.1. Приготовление раствора хлористого цинка

Массу цинка ( $2 \pm 0,0002$ ) г, предварительно очищенного от окиси (при помощи стального ножа), растворяют в  $25 \text{ см}^3$   $6 \text{ моль/дм}^3$  раствора соляной кислоты в мерной колбе вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и приливают дистиллированную воду до метки. Раствор хлористого цинка содержит  $0,002 \text{ г}$  цинка в  $1 \text{ см}^3$ .

Раствор хлористого цинка стабилен в течение длительного времени. При появлении в растворе мути, хлопьев или осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

### 2.2. Приготовление $0,025 \text{ моль/дм}^3$ титрованного раствора трилона Б

$10 \text{ г}$  трилона Б, взвешенного с погрешностью не более  $0,01 \text{ г}$ , переносят через воронку в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

### 2.3. Установление титра (Т) $0,025 \text{ моль/дм}^3$ раствора трилона Б по металлическому цинку

В три конические колбы вносят пипеткой по  $10 \text{ см}^3$  раствора хлористого цинка, приливают по  $70\text{--}80 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, нейтрализуют раствор аммиаком из капельницы по универсальной индикаторной бумаге до рН  $4\text{--}5$  (наносят стеклянной палочкой каплю раствора на индикаторную бумагу и проверяют рН среды по шкале), добавляют  $15 \text{ см}^3$  буферного ацетатного раствора и  $3\text{--}4$  капли индикатора кислородного оранжевого до появления красно-фиолетовой окраски раствора. Полученный раствор титруют  $0,025 \text{ моль/дм}^3$  раствором трилона Б из микробюретки до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в желтую.

Титр  $0,025 \text{ моль/дм}^3$  раствора трилона Б, выраженный в граммах цинка на  $1 \text{ см}^3$  ( $T_{\text{цинк}}$ ), вычисляют по формуле

$$T_{\text{цинк}} = \frac{V_1 C}{V_2},$$

где  $V_1$  — объем раствора хлористого цинка, взятый для установления титра раствора трилона Б,  $\text{см}^3$ .

$V_2$  — объем раствора трилона Б, пошедший на титрование цинка,  $\text{см}^3$ .

$C$  — масса цинка в  $1 \text{ см}^3$  раствора хлористого цинка, г.

**2.2, 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

### 2.4. Приготовление $0,025 \text{ моль/дм}^3$ раствора хлористого магния

Массу около  $6,0 \text{ г}$  хлористого магния растворяют в  $400\text{--}500 \text{ см}^3$  дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки.

### 2.5. Установление поправочного коэффициента раствора хлористого магния по $0,025 \text{ моль/дм}^3$ раствору трилона Б

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

Титрование проводят  $0,025 \text{ моль/дм}^3$  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  $0,025 \text{ моль/дм}^3$  раствора трилона Б, взятый для установления поправочного коэффициента,  $\text{см}^3$ ;

$V_4$  — объем раствора хлористого магния, пошедший на титрование,  $\text{см}^3$ .

**2.4, 2.5. (Измененная редакция, Изм. № 3).**

### 2.6. Приготовление аммиачного буферного раствора

В мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  вносят  $67,5 \text{ г}$  хлористого аммония,  $150\text{--}200 \text{ см}^3$  дистиллированной воды и  $570 \text{ см}^3$  аммиака и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

## С. 4 ГОСТ 13538—68

### 2.7. Приготовление буферного ацетатного раствора

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> вносят 250 г уксуснокислого натрия, 150—200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 20 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

**Примечание.** Приготовление растворов, нейтрализация аммиаком, добавление буферных растворов, индикаторов и титрование должны проводиться при тщательном перемешивании вручную.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Перед отбором пробы на испытание продукт перемешивают в течение 5 мин.

3.2. 1 г присадки или 10—20 г масла с присадкой, взвешенных в стакане с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 30 см<sup>3</sup> толуола и раствор сливают через загрузочную воронку в чистый сухой аппарат стакан ополаскивают 2—3 раза 20 см<sup>3</sup> толуола и сливают в этот же аппарат. Затем в аппарат вносят 50 см<sup>3</sup> 6 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты.

После заполнения аппарата закрывают кран загрузочной воронки и включают обогрев на полную мощность до начала кипения, затем с помощью автотрансформатора регулируют нагрев так, чтобы конденсат из дефлегматора стекал отдельными каплями. Содержимое аппарата кипятят в течение 45 мин, затем обогрев выключают, охлаждают в течение 10 мин и в аппарат приливают 20 см<sup>3</sup> *n*-бутилового спирта, после этого смесь кипятят 15—20 мин. Содержимое аппарата охлаждают в течение 10 мин и сливают нижний слой (солянокислый раствор хлоридов металлов) в стакан.

Для отмывки соляной кислоты, а вместе с ней следов хлоридов металлов, в аппарат через загрузочную воронку добавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и включают обогрев аппарата на полную мощность. Содержимое аппарата кипятят в течение 30 мин, как указано выше. Затем обогрев выключают и к содержимому в аппарате приливают 20 см<sup>3</sup> *n*-бутилового спирта и смесь снова кипятят 10—15 мин.

После охлаждения смеси нижний слой сливают в стакан с солянокислым раствором хлоридов металлов.

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.3. При отсутствии аппарата, указанного в п. 1.1, разложение присадки ведут в колбе с пришлифованным к ней холодильником по п. 3.2.

После 45 мин кипячения и 10 мин охлаждения в колбу через холодильник осторожно приливают 20 см<sup>3</sup> *n*-бутилового спирта и смесь кипятят 10—15 мин. Колбу охлаждают, холодильник отсоединяют от колбы и содержимое колбы переносят в делительную воронку. Нижний слой после отстаивания сливают в стакан, а верхний слой переносят обратно в колбу для разложения, добавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и вновь включают обогрев. После 30 мин кипячения и 10 мин охлаждения в колбу через холодильник осторожно приливают 20 см<sup>3</sup> *n*-бутилового спирта и смесь кипятят 10 мин. После полного охлаждения раствор из колбы переносят в делительную воронку, и нижний слой, после расслоения, сливают в стакан с раствором хлоридов металлов.

Солянокислый раствор упаривают при температуре (100±5) °С для удаления *n*-бутилового спирта и части воды до 70—80 см<sup>3</sup> и охлаждают до температуры окружающей среды.

Удаление *n*-бутилового спирта контролируют по отсутствию запаха спирта.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3.4. При определении массовой доли бария, кальция и цинка в золе (не сульфатной) в тигель с золой, полученной при озолении 1 г присадки или 10—20 г масла с присадкой, вносят 30—40 см<sup>3</sup> разбавленной соляной кислоты, закрывают тигель часовым стеклом и кипятят 15—20 мин. Затем с помощью промывалки содержимое из тигля количественно переносят в стакан струей дистиллированной воды. Содержание металлов в растворах, полученных по пп. 3.2; 3.3 и 3.4 определяют следующим образом.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.5. Определение массовых долей металлов в присадках и маслах с присадками, содержащих один металл

3.5.1. Определение массовой доли бария

Солянокислый раствор, содержащий барий, нагревают в стакане до кипения, добавляют 15 см<sup>3</sup> 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—80 °С до отсутствия ионов SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (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.

Осадок с фильтра смывают струей дистиллированной воды из промывалки в стакан, туда же помещают и фильтр.

При испытании присадки в стакан с осадком и фильтром вносят 100 см<sup>3</sup> 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б (с помощью мерной колбы или пипеткой), 15 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия и 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

При испытании масла с присадкой объем добавляемого трилона Б и раствора гидроокиси натрия устанавливают в зависимости от предполагаемой массовой доли бария (см. табл. 1).

Таблица 1

Массовая доля бария, %	Объем добавляемого 0,025 моль/дм <sup>3</sup> раствора трилона Б, см <sup>3</sup>	Объем добавляемого 0,5 моль/дм <sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, см <sup>3</sup>
До 0,3	25	5
Св. 0,3—0,4	50	10
Св. 0,4—0,6	75	15
Св. 0,6	100	15

Стакан закрывают часовым стеклом и ставят на плитку. Содержимое кипятят до полного растворения осадка, после чего раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Следы трилона Б смывают с фильтра струей воды из промывалки в эту же мерную колбу. Затем раствор в мерной колбе доводят дистиллированной водой до метки и содержимое тщательно перемешивают.

После этого из колбы берут по 50 см<sup>3</sup> раствора, вносят в стакан и в каждый стакан добавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 5 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора, 0,02—0,05 г смеси индикатора хромогена черного ЕТ-00 с хлористым калием или хлористым натрием (приготовленной по п. 1.1) до появления сине-голубой окраски раствора и титруют 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствором хлористого магния до перехода сине-голубой окраски раствора в вишневую.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3, 4).**

### 3.5.2. Определение массовой доли цинка

Раствор солянокислый, содержащий цинк, переносят из стакана в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Затем берут из колбы пипеткой по 50 см<sup>3</sup> раствора, вносят в стаканы и в каждый стакан добавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, нейтрализуют аммиаком из капельницы по универсальной индикаторной бумаге до рН 4—5 по п. 2.3, добавляют 15 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора и 3—4 капли индикатора ксиленолового оранжевого. Раствор титруют 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствором трилона Б из микробюретки до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в желтую.

### 3.5.3. Определение массовой доли кальция

Раствор солянокислый, содержащий кальций, переносят из стакана в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Затем из колбы берут 50 см<sup>3</sup> раствора, вносят в стаканы и в каждый стакан добавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, нейтрализуют гидроокисью калия по универсальной бумаге до рН 10, приливают 20 см<sup>3</sup> гидроокиси калия (избыток) и проводят титрование 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствором трилона Б в присутствии 0,02—0,05 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—0,05 г смеси индикаторов тимолфталексона с флуорексоном, приготовленному по п. 1.1, до перехода светло-зеленой окраски к розовой (зеленое свечение пропадает).

Титрование следует проводить на черном фоне.

### Примечания

1. Наличие нерастворимого осадка солей бария в соляной кислоте не влияет на определение содержания бария, так как впоследствии происходит его полное растворение в растворе трилона Б.

2. Если неизвестно, какой металл содержится в присадке, раствор, содержащий металлы, делят на несколько частей и испытание каждой из них проводят с учетом того, что:

при добавлении сульфата аммония осаждается барий;

при рН 5 с добавлением 15 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора и индикатора ксиленолового оранжевого титруется цинк;

## С. 6 ГОСТ 13538—68

при рН более 10 с добавлением избытка щелочи 20 см<sup>3</sup> в присутствии индикатора мурексида титруется кальций.

3. При наличии в анализируемой пробе железа перед установлением рН раствора добавляют 10 см<sup>3</sup> водного раствора триэтанолamina.

4. При содержании в анализируемой пробе металла более 1 % допускается для титрования отбирать до 10 см<sup>3</sup> раствора.

3.5.2, 3.5.3. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.6, 3.6.1. (Исключены, Изм. № 3).

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 см<sup>3</sup> солянокислого раствора, добавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Полученный раствор нейтрализуют аммиаком (по каплям) до рН=8, вносят 15 см<sup>3</sup> аммиачно-буферного раствора и титруют раствором трилона Б 0,025 моль/дм<sup>3</sup> в присутствии 0,02—0,05 г индикатора хромогена черного ЕТ-00 до перехода вишневой окраски раствора в сине-голубую.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7. (Исключен, Изм. № 3).

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю металла ( $X$ ) в испытуемом продукте в процентах вычисляют по формулам:

$$X_{\text{бария}} = \frac{(V_5 - KK_1 V_6) \cdot T_{\text{бария}} \cdot 100}{m},$$
$$X_{\text{цинка}} = \frac{V_7 K_1 T_{\text{цинка}} \cdot 100}{m},$$
$$X'_{\text{кальция}} = \frac{V_8 K_1 T_{\text{кальция}} \cdot 100}{m},$$
$$X''_{\text{кальция}} = \frac{(V_{11} - V_7) \cdot K_1 T_{\text{кальция}} \cdot 100}{m},$$

где  $V_5$  — объем 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, пошедший на растворение осадка сернокислого бария, в см<sup>3</sup>;

$V_6$  — объем 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора хлористого магния, пошедший на титрование избытка 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, в см<sup>3</sup>;

$V_7$  — объем 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, пошедший на титрование цинка, в см<sup>3</sup>;

$V_8$  — объем 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, пошедший на титрование кальция, в см<sup>3</sup>;

$V_{11}$  — объем 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, пошедший на титрование кальция и цинка, в см<sup>3</sup>;

$m$  — навеска продукта в г;

$T_{\text{цинка}}$  — титр 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, выраженный в г цинка на 1 см<sup>3</sup>;

$T_{\text{бария}}$  — титр 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, выраженный в г бария на 1 см<sup>3</sup>;

$$T_{\text{бария}} = 2,1010 \cdot T_{\text{цинка}};$$

$T_{\text{кальция}}$  — титр 0,025 моль/дм<sup>3</sup> раствора трилона Б, выраженный в г кальция на 1 см<sup>3</sup>;

$$T_{\text{кальция}} = 0,6131 \cdot T_{\text{цинка}};$$

$K$  — поправочный коэффициент раствора хлористого магния;

$K_1$  — коэффициент разбавления;

$$K_1 = \frac{V_9}{V_{10}},$$

где  $V_9$  — объем раствора, полученный после разложения присадки соляной кислотой и доведенный дистиллированной водой в мерной колбе до 250 см<sup>3</sup>, в см<sup>3</sup>;

$V_{10}$  — объем раствора хлоридов металлов, взятый для титрования, в см<sup>3</sup>;  
 2,1010 — соотношение грамм-эквивалентов бария и цинка;  
 0,6131 — соотношение грамм-эквивалентов кальция и цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

4.2. Содержание бария, кальция и цинка в испытуемом продукте вычисляют как среднее арифметическое двух параллельных определений, если расхождение между ними не превышает установленную величину сходимости.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

## 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 массовой доли металлов менее 0,1 % — вычисленных по формулам 1—3;  
 для массовой доли металлов от 0,1 до 1,0 % — указанных в табл. 2;

Таблица 2

Массовая доля металлов, %	Сходимость, %
Барий:	
до 0,50	0,04
св. 0,50 до 1,00	0,06
Кальций:	
до 0,50	0,02
св. 0,50 до 1,00	0,04
Цинк:	
до 0,20	0,02
св. 0,20 до 0,50	0,04
св. 0,50 до 1,00	0,05

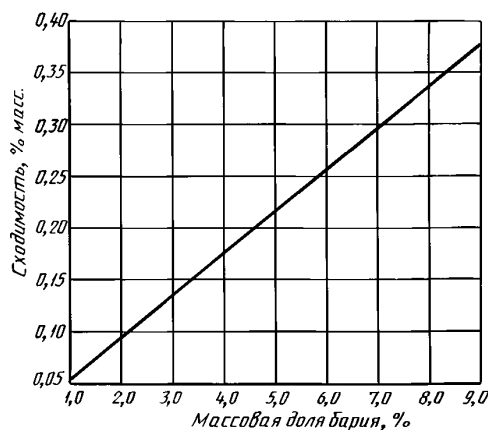
для массовой доли металлов свыше 1,0 % — приведенных на графиках (черт. 2—4).  
 Сходимость —  $r$ :

для бария  $r_1 = 3,13 \cdot 0,01 (x+0,40)$ ; (1)

для кальция  $r_2 = 2,87 \cdot 0,01 (x+0,15)$ ; (2)

для цинка  $r_3 = 2,94 (0,02 \cdot x^{0,49})$ , (3)

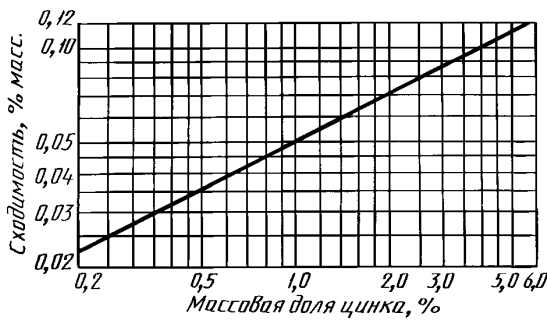
где  $x$  — массовая доля металла, %.



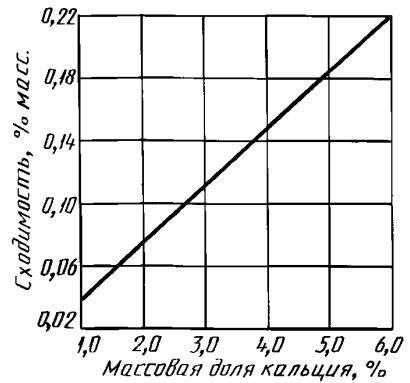
Черт. 2



С. 8 ГОСТ 13538—68



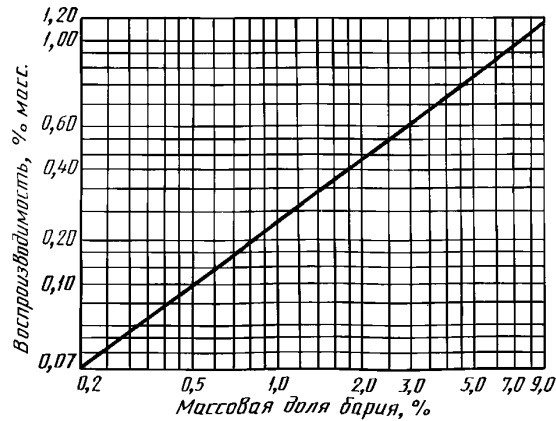
Черт. 3



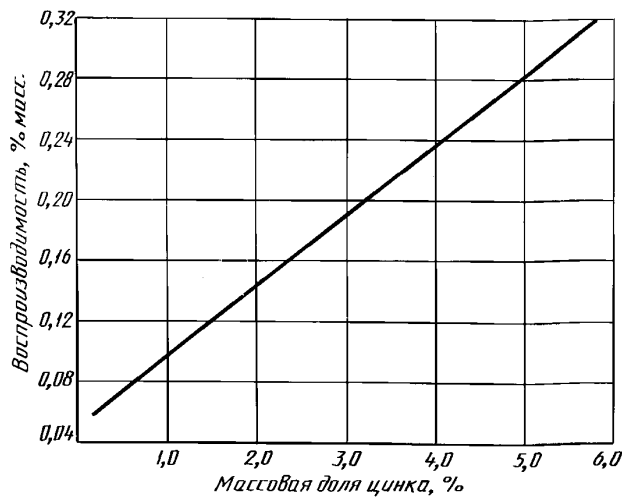
Черт. 4

5.2. Воспроизводимость метода

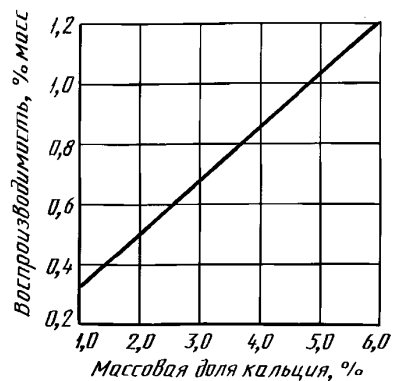
Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, приведенного на графиках (черт. 5—7) для большего результата.



Черт. 5



Черт. 6



Черт. 7

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

**Е.М. Никоноров**, д-р техн. наук; **В.В. Булатников**, канд. техн. наук; **И.Е. Жалнин**; **В.Д. Милованов**, канд. техн. наук; (руководители темы) **Т.Г. Скрыбина**, канд. техн. наук; **Л.А. Садовникова**, канд. техн. наук; **В.А. Воротникова**, канд. техн. наук; **Т.В. Еремина**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по стандартам от 23.02.68 № 297

3. ВЗАМЕН ГОСТ 7187—58, ГОСТ 9807—61, ГОСТ 12060—66

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	1.1	ГОСТ 4328—77	1.1
ГОСТ 199—78	1.1	ГОСТ 5789—78	1.1
ГОСТ 1770—74	1.1	ГОСТ 6006—78	1.1
ГОСТ 3118—77	1.1	ГОСТ 6709—72	1.1
ГОСТ 3640—94	1.1	ГОСТ 9147—80	1.1
ГОСТ 3760—79	1.1	ГОСТ 10652—73	1.1
ГОСТ 3769—78	1.1	ГОСТ 14710—78	1.1
ГОСТ 4108—72	1.1	ГОСТ 25336—82	1.1
ГОСТ 4209—77	1.1	ГОСТ 29227—91	1.1
ГОСТ 4233—77	1.1	ГОСТ 29251—91	1.1
ГОСТ 4234—77	1.1		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в марте 1978 г., ноябре 1981 г., июне 1986 г. и июне 1990 г. (ИУС 3—78, 2—82, 9—86, 10—90)

Редактор *Р.С. Федорова*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *В.И. Варенцова*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.03.99. Подписано в печать 16.04.99. Усл. печ. л. 1,40.  
Уч.-изд. л. 1,07. Тираж 204 экз. С2636. Зак. 358.

---

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