Группа Б99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРИСАДКИ И МАСЛА С ПРИСАДКАМИ

Метод определения фосфора

ГОСТ
9827—75

Additives and additive containing oils.
Method for determination of phosphorus

МКС 75.080
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт распространяется на присадки и масла с присадками и устанавливает фотометрический метод определения массовой доли фосфора от 0,03 %.

Сущность метода заключается в сжигании испытуемого продукта в калориметрической бомбе, в атмосфере кислорода в присутствии воды с образованием ортофосфорной кислоты и колориметрическом определении содержания фосфора в присутствии ванадиевокислого аммония и молибденовокислого аммония.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Для проведения испытания применяют:

спектрофотометр, обеспечивающий абсолютную погрешность показаний по шкале светопропускания не более ±1 % или фотоэлектроколориметр с синим светофильтром при определении массовой доли фосфора свыше 0,1 % или оснащенный светофильтром, обеспечивающим полосу пропускания в области 440—460 нм для определения массовой доли фосфора менее 0,1 %;

бомба калориметрическая самоуплотняющаяся типа ЛБС или установка СБ;

устройство для подачи кислорода в калориметрическую бомбу, состоящее из манометра низкого давления с регулировочным вентилем любого типа;

металлическую подставку любого типа для фиксации калориметрической бомбы;

источник для получения тока напряжением 10—12 В с выключателем любого типа;

редуктор кислородный по ГОСТ 13861;

манометры высокого давления по ГОСТ 2405 на 25—30 МПа (250—300 кгс/см^2) и манометр низкого давления на 6—7,5 МПа (60—75 кгс/см^2);

трубки из меди, медных сплавов или нержавеющей стали цельнотянутые кислородпроводные с внутренним диаметром 1—1,5 мм с припаянными к ним ниппелями;

тигли В-1, Н-1 или В-2 по ГОСТ 9147, или тигель Н-1 по ГОСТ 19908, или тигель кварцевый (высота — 20 мм, верхний диаметр — 20 мм, нижний — 10 мм), или тигли стальные, поставляемые в комплекте с установкой СБ;

проволоку железную, никелевую, константановую или медную диаметром 0,1—0,2 мм для запала;

посуду мерную стеклянную лабораторную по ГОСТ 1770;

колбы мерные круглые плоскодонные с одной меткой с пришлифованной пробкой вместимостью 100, 250, 500 и 1000 см^3;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

цилиндры измерительные с носиком вместимостью 25 и 50 см³;
пипетки;
емкость для охлаждения калориметрической бомбы любого типа;
стаканы В-1—250 ТС по ГОСТ 25336;
воронки В-56—80 ХС по ГОСТ 25336;
калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х. ч.;
аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336, 0,25 %-ный раствор;
нефрасы по ГОСТ 8505;
спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
эфир петролейный;
аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, 5 %-ный раствор;
кислоту азотную по ГОСТ 4461;
кислород по ГОСТ 5583;
бумагу фильтровальную по ГОСТ 12096;
весы лабораторные типа ВЛР-200, АДВ-200 или другие с погрешностью не более 0,0002 г;
воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
плитку электрическую закрытого типа.

Примечание. Допускается применять другие реактивы, качество которых не ниже указанных в стандарте.

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

2. ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗА

2.1. Внутреннюю часть новой бомбы или бомбы после ремонта последовательно промывают нефрасом, спиртом или эфиром и после этого промывают дистиллированной водой.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

2.1а. 0,25 %-ный раствор ванадиевокислого аммония готовят следующим образом: 2,5 г ванадиевокислого аммония растворяют в колбе вместимостью 1000 см³ в 500 см³ дистиллированной воды, добавляют 20 см³ азотной кислоты, нагревают до полного растворения осадка, охлаждают и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

5 %-ный раствор молибденового кислого аммония готовят следующим образом: 50 г молибденовокислого аммония растворяют в колбе вместимостью 1000 см³ в дистиллированной воде, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и фильтруют.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2.2. Приготовление контрольных растворов

В колбу вместимостью 1000 см³ помещают 0,4395 г однозамещенного фосфорнокислого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, и растворяют в дистиллированной воде. После растворения объем воды в колбе доводят до метки и тщательно перемешивают. 1 см³ полученного раствора содержит 0,1 мг фосфора (раствор А).

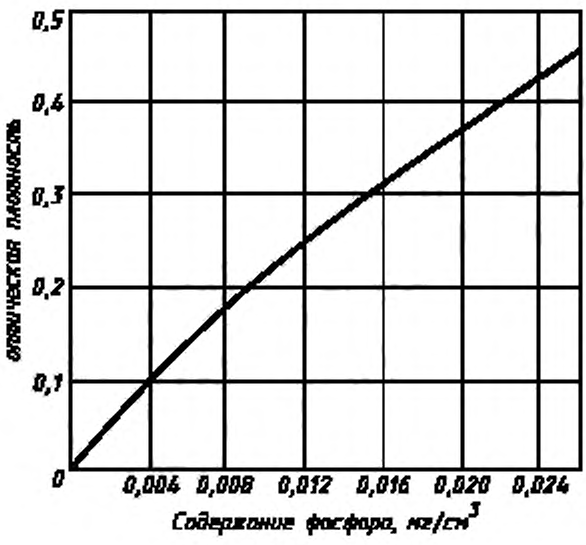
В колбы вместимостью по 100 см³ каждая пипетками помещают 0,5; 1; 1,5; 2,5; 4; 6; 10; 16; 25 см³ раствора А. Одну колбу берут без раствора А. Затем в каждую колбу приливают 4 см³ азотной кислоты, 10 см³ 0,25 %-ного раствора ванадиево-кислого аммония, 10 см³ 5 %-ного раствора молибденовокислого аммония. Добавление проводят в указанном порядке и после добавления каждого из них содержимое колб тщательно перемешивают. После этого дистиллированной водой доводят объем раствора до метки, содержимое колб вновь тщательно перемешивают и оставляют стоять 30 мин. 1 см³ контрольных растворов содержит следующие количества фосфора (мг) соответственно: 0,0005; 0,0010; 0,0015; 0,0025; 0,0040; 0,0060; 0,0100; 0,0160; 0,0250.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. После 30-минутного отстоя определяют оптическую плотность каждого контрольного раствора в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 мм: при массовой доле фосфора свыше 0,1 % — на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром, при массовой доле фосфора менее 0,1 % — на спектрофотометре при длине волны 460 нм или фотоэлектроколориметре, обеспечивающем полосу пропускания в области 440—460 нм. В качестве раствора сравнения применяют раствор без фосфорнокислого калия.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

Градуировочный график



Черт. 1

2.4. Построение градуировочного графика

Полученное значение оптической плотности контрольных растворов откладывают по оси ординат, а соответствующее им содержание фосфора в растворе в мг на 1 см^3 раствора — по оси абсцисс. Примерный градуировочный график приведен на черт. 1.

Градуировочный график строят для каждого конкретного прибора. Проверку его осуществляют один раз в 2 мес по нескольким точкам в соответствии с п. 2.2. При ремонте фотоэлектроколориметра или при использовании другого типа прибора градуировочный график строят заново.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.5. Перед испытанием редуктор, манометры, ниппели и кислородопроводные трубки должны быть обезжирены в соответствии с инструкциями по эксплуатации газового оборудования.

Смазка соединительных частей приборов со сжатым кислородом не допускается. При загрязнениях их смазочным или другим маслом, оно должно быть тщательно удалено промыванием нефрасом, а затем спиртом или эфиром.

Бомба, манометр и соединительные кислородопроводные трубки должны подвергаться испытанию гидростатическим давлением не реже одного раза в год, а также при износе, повреждении и после ремонта; при этом бомба испытывается на давление в 10 МПа (100 кгс/см^2).

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В калориметрическую бомбу наливают 20 см^3 дистиллированной воды, устанавливают бомбу в подставку и присоединяют ее через редуктор к кислородному баллону.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. В предварительно взвешенный тигель помещают испытуемый продукт, массу которого берут в зависимости от предполагаемого содержания в нем фосфора (см. таблицу).

Массовая доля фосфора, %	Масса испытуемого продукта, г
Масла с присадками	
От 0,03 до 0,1	1,10—1,50
Св. 0,1 » 0,5	0,60—0,80
» 0,5 » 1,0	0,40—0,60
Присадки	
До 1,0*	0,40—0,60
От 1,0 до 2,0	0,20—0,35
Св. 2,0 » 3,0	0,15—0,20
» 3,0 » 4,0	0,10—0,15
» 4,0 » 5,0	0,05—0,10
» 5.0	0,03—0,05

* При испытании присадок, массовая доля металлов в которых более 1 %, рекомендуется массу испытуемого продукта брать не более 0,1 г.

Массу тигля и испытуемого продукта определяют с погрешностью не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.3. Тигель с испытуемым продуктом устанавливают в кольцо внутри калориметрической бомбы. В испытуемый продукт погружают запальную проволоку, предварительно укрепленную зачищенными концами к токоведущему штифту и кислородопроводной трубке.

Когда запальная проволока не погружается в испытуемый продукт, в тигель добавляют 0,2—0,3 г масла, не содержащего фосфора.

3.4. Крышку бомбы завинчивают рукой и осторожно при помощи регулировочного вентиля наполняют бомбу кислородом до давления 3,5—4 МПа (35—40 кгс/см^2), затем закрывают впускной вентиль бомбы, вентиль баллона, отключают кислородопроводную трубку от бомбы и закрывают резьбовыми пробками отверстия в крышке бомбы, ведущие к впускному и выпускному вентилям. Наполненную кислородом бомбу погружают в воду для проверки герметичности. При выделении из бомбы пузырьков кислорода ее вынимают из воды и добиваются герметичности, после этого дополняют бомбу кислородом и вновь ее погружают в воду.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. К наружным клеммам бомбы подключают провода, соединенные с источником тока, и замыкают на 1—2 с цепь электрического тока. При замыкании сгорает запальная проволока и испытуемый продукт. Признаком сгорания продукта служит нагревание корпуса бомбы. Для охлаждения бомбу выдерживают 10 мин в воде, после извлечения бомбы из воды ее вытирают, устанавливают в подставку, прикрепленную к столу, и осторожно открывают выпускной клапан таким образом, чтобы давление газа в бомбе упало до атмосферного не раньше чем через 5 мин. Если после замыкания цепи электрического тока корпус бомбы не нагрелся или после отвинчивания крышки бомбы обнаружено неполное сгорание испытуемого продукта, испытание считают недействительным и его повторяют.

3.6. Раствор из бомбы вместе с тиглем переносят в стакан, тщательно при помощи промывалки промывают все внутренние части бомбы дистиллированной водой, собирают все промывные воды (не более 150 см^3) в тот же стакан.

3.7. В стакан с содержимым, полученным по п. 3.6, приливают 10 см^3 азотной кислоты и нагревают до кипения, затем раствор охлаждают до температуры окружающей среды и количественно переносят в колбу вместимостью 250 см^3. Если при нагревании в растворе наблюдается осадок, его необходимо отфильтровать через бумажный фильтр, собирая фильтрат в ту же колбу. После фильтрования осадка фильтр промывают дистиллированной водой, а промывные воды присоединяют к фильтрату.

3.8. К полученному раствору в колбе последовательно приливают 20 см^3 0,25 %-ного раствора ванадиевокислого аммония и 20 см^3 5 %-ного раствора молибденовокислого аммония, каждый раз вручную перемешивая содержимое колбы. Дистиллированной водой объем раствора в колбе доводят до метки, перемешивают и выдерживают 30 мин.

3.6—3.8. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.9. Затем определяют оптическую плотность раствора по п. 2.3. В качестве раствора сравнения применяют 150 см^3 дистиллированной воды, проведенной через все стадии, указанные в пп. 3.7 и 3.8. Если интенсивность окраски испытуемого раствора превышает показания шкалы фотоэлектроколориметра, то из колбы берут часть раствора и разбавляют его в два-четыре раза.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. По полученной оптической плотности испытуемого раствора на градуировочном графике находят содержание фосфора в растворе в мг на 1 см^3 раствора.

4.2. Массовую долю фосфора в испытуемом продукте (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C — содержание фосфора в 1 см^3 испытуемого раствора, определенное по градуировочному графику, мг;

V — объем испытуемого раствора (при колориметрировании разбавленного раствора объем испытуемого раствора умножают на коэффициент разбавления), см^3;

m — масса навески испытуемого продукта, мг.

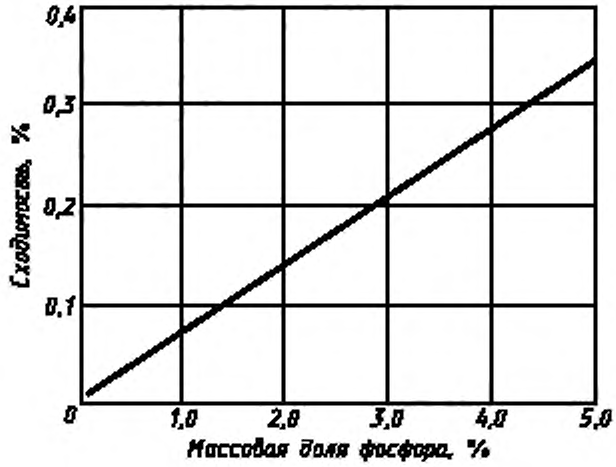
4.3. За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух последовательных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. Сходимость

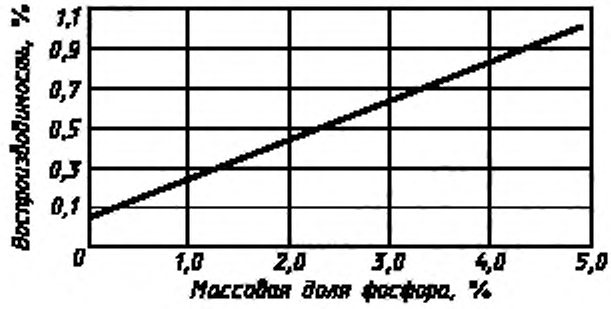
Два результата определений, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,01 % при определении массовой доли фосфора в диапазоне от 0,03 до 0,1 % и значения, приведенного на графике (черт. 2) для большего результата при определении массовой доли фосфора более 0,1 %.



Черт. 2

5.2. Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,02 % при определении массовой доли фосфора в диапазоне от 0,03 до 0,1 % и значения, приведенного на графике (черт. 3) для большего результата при определении массовой доли фосфора более 0,1 %.



Черт. 3

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

Е.М. Никоноров, д-р хим. наук; **В.В. Булатников,** канд. тех. наук; **В.Д. Милованов,** канд. техн. наук; **Н.П. Соснина,** канд. техн. наук; **Т.Г. Скрябина,** канд. техн. наук; **Л.А. Садовникова,** канд. техн. наук (руководители темы); **В.А. Воротникова,** канд. техн. наук; **Т.В. Еремина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 01.10.75 № 2559**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 9827—61**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1.1	ГОСТ 9147—80	1.1
ГОСТ 2405—88	1.1	ГОСТ 9336—75	1.1
ГОСТ 3765—78	1.1	ГОСТ 12096—76	1.1
ГОСТ 4198—75	1.1	ГОСТ 13861—89	1.1
ГОСТ 4461—77	1.1	ГОСТ 18300—87	1.1
ГОСТ 5583—78	1.1	ГОСТ 19908—90	1.1
ГОСТ 6709—72	1.1	ГОСТ 25336—82	1.1
ГОСТ 8505—80	1.1		

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в ноябре 1981 г., апреле 1984 г., марте 1986 г., марте 1989 г. (ИУС 2—82, 7—84, 6—86, 6—89)**

gost.e-ecolog.ru