МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АММИАК ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Определение массовой концентрации масла методом инфракрасной спектрометрии

Technical liquid ammonia.
Determination of oil mass concentration by method of infra-red spectrometry

ГОСТ 28326.3—89

МКС 71.100.20
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.07.90

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения массовых концентраций масла от 1 до 10 мг/дм^3.

Метод основан на измерении массовой концентрации масла по интенсивности поглощения метиленовых групп (ν = 2925 см$^{-1}$) в инфракрасном спектре.

Метод применяют при разногласиях в оценке качества технического жидкого аммиака и при поставках на экспорт.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 6221.

Объем пробы составляет 200 см^3.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Пробоотборник — по ГОСТ 6221.

Спектрофотометр инфракрасный типа ИКС-29 или другого типа с абсолютной погрешностью измерения коэффициента пропускания ± 1 % в интервале от 10 % до 100 %.

Кюветы стандартные к спектрофотометру типа СФ-16 по ГОСТ 20903 с толщиной поглощающего свет слоя 1 см.

Шприцы по ГОСТ 22967 вместимостью 5 и 20 см^3.

Пипетки 2 (7)—2—5, 2—2—20 по НТД.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770.

Термометры с диапазоном измерения температур от минус 30 °С до плюс 50 °С.

Стаканчик СН-45/13, СН-60/14 по ГОСТ 25336 или стаканчик высотой 30 мм, диаметром 80 мм.

Фильтр ФКП-32-ПОР 100 ХС или воронка ВФ-32-ПОР 100 ТХС по ГОСТ 25336.

Установка перегонная на взаимозаменяемых конусах, элементы по ГОСТ 25336.

Баня песчаная.

Шкаф электрический сушильный типа 2В-151 или любого другого типа с диапазоном регулирования температур от 40 °С до 200 °С.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288, х.ч., или другой квалификации после проверки на ИК-спектрометре и проведения в случае необходимости соответствующей очистки по п. 3.2.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Применение резиновых трубок и пробок не допускается.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

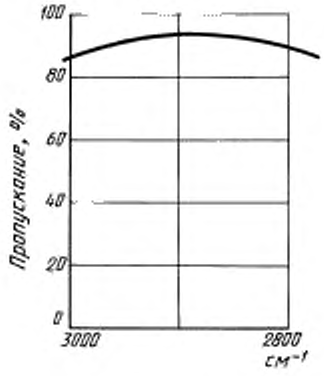
★

gost.e-ecolog.ru

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Проверка чистоты четыреххлористого углерода

Спектр поглощения четыреххлористого углерода



Черт. 1

Чистоту четыреххлористого углерода проверяют перед его использованием. С этой целью снимают спектр четыреххлористого углерода на спектрофотометре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см в области 2800—3000 $см^{-1}$ и сравнивают его со спектром чистого четыреххлористого углерода (черт. 1).

Для образцов четыреххлористого углерода, имеющих в аналитической области полосы с поглощением более 50 %, необходима очистка.

Очистку четыреххлористого углерода проводят на обычной перегонной установке на шлифах при атмосферном давлении.

3.2. Подготовка четыреххлористого углерода, используемого в качестве контрольного раствора

В стаканчик помещают 40 $см^3$ четыреххлористого углерода и испаряют его в вытяжном шкафу на песчаной бане или в сушильном шкафу при температуре 65 °С—70 °С. Стаканчик промывают 5 $см^3$ четыреххлористого углерода и записывают его спектр относительно исходного растворителя. Если в спектре появляются полосы, значение поглощения которых более 20 %, четыреххлористый углерод следует перегнать.

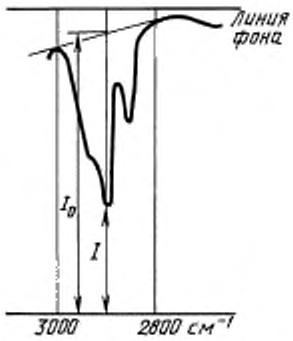
3.3. Подготовка пробы аммиака

После испарения аммиака пробоотборник промывают с помощью шприца (пипетки) двумя порциями четыреххлористого углерода объемом по 15—20 $см^3$. Раствор сливают в стаканчик через стеклянный фильтр.

Четыреххлористый углерод испаряют в вытяжном шкафу на песчаной бане или в сушильном шкафу при температуре 65 °С—70 °С.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Спектр поглощения пробы



Черт. 2

В стаканчик с пробой, обработанной, как указано в п. 3.3, помещают шприцем (пипеткой) 5 $см^3$ четыреххлористого углерода, стаканчик закрывают крышкой и тщательно смывают растворителем масло со стенок. Одну кювету заполняют полученным раствором, вторую — контрольным раствором, приготовленным, как указано в п. 3.2, и записывают спектр анализируемого раствора в области поглощения 2800—3000 $см^{-1}$ при спектральной ширине щели, не превышающей 5 $см^{-1}$. Линию фона проводят через точки спектра, соответствующие $\nu = 2800$ $см^{-1}$ и $\nu = 3000$ $см^{-1}$ на спектрограмме, измеряют значения пропусканий I_0 и I, как указано на черт. 2, и рассчитывают оптическую плотность (D) в максимуме полосы $\nu = 2925$ $см^{-1}$ по формуле

$$D = \lg \frac{I_0}{I}.$$

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую концентрацию масла (X) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$X = 0{,}417 \cdot D \cdot \frac{V \cdot K}{S \cdot V_1},$$

где 0,417 — величина, обратная коэффициенту поглощения масла в точке 2925 $см^{-1}$, $мг/см^3$;

D — оптическая плотность пробы;

V — объем растворителя, см^3;

K — коэффициент испарения (ГОСТ 28326.1, приложение);

S — толщина кюветы, см;

V_1 — объем пробы жидкого аммиака, дм^3.

При толщине кюветы $S = 1$ см, объеме пробы аммиака $V_1 = 0{,}2$ дм^3 и объеме растворителя $V = 5$ см^3 формула примет вид

$$X = 10{,}42 \cdot D \cdot K.$$

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 % от среднего значения определяемой величины, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 25 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ (для массовых концентраций масла 2 и 8 мг/дм^3).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Четыреххлористый углерод — бесцветная, тяжелая, невоспламеняющаяся жидкость. При соприкосновении с пламенем или накаленными предметами разлагается, образуя ядовитый газ — фосген.

Четыреххлористый углерод, проникая через кожу, оказывает токсическое действие. Вдыхание паров четыреххлористого углерода опасно, так как при высоких концентрациях в воздухе они могут вызвать острое отравление.

Предельно допустимая концентрация паров четыреххлористого углерода в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 20 мг/м^3 по ГОСТ 12.1.005.

Все работы, связанные с применением четыреххлористого углерода, следует проводить в вытяжном шкафу с применением индивидуальных средств защиты: халата, хлопчатобумажных перчаток, а в случае необходимости противогаза марки «М».

Работу с жидким аммиаком и четыреххлористым углеродом проводят внутри хорошо вентилируемого вытяжного шкафа.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством по производству минеральных удобрений СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.11.89 № 3316**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6221—82 в части п. 4.6**

4. **Соответствует СТ СЭВ 6382—88 и МС ИСО 7106—88 в части определения масла инфраспектрометрическим методом**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.005—88	6
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 6221—90	1, 2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 20288—74	2
ГОСТ 20903—75	2
ГОСТ 22967—90	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 28326.1—89	5

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

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ**

gost.e-ecolog.ru