Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# АММИАК ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

## Спектрофотометрический метод определения массовой концентрации масла

ГОСТ
28326.4—89

Technical liquid ammonia.
Determination of oil mass concentration
by spectrophotometry method

МКС 71.100.20
ОКСТУ 2109

Дата введения 01.07.90

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод определения массовых концентраций масла от 0,2 до 10 мг/дм$^3$.

Метод основан на измерении оптической плотности испытуемого раствора на спектрофотометре при длине волны 259 нм.

## 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 ультрафиолетовый (СФ-16, СФ-20 или другой с абсолютной погрешностью измерения коэффициента пропускания ± 1 % в интервале от 10 % до 100 %).

Кюветы стандартные кварцевые по ГОСТ 20903 с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

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

Пипетки 2(7)—2—5, 2—2—20, 2—2—25 по НТД.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770.

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

Стаканчик СН-46/13, СН-60/14 по ГОСТ 25336 или стаканчик высотой 30 мм, диаметром 80 мм.

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

Колонка высотой 70 см и диаметром 4 см.

Баня песчаная.

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

Воронка В-36-80ХС по ГОСТ 25336.

Изооктан эталонный по ГОСТ 12433 или циклогексан по ГОСТ 14198, х.ч., после проверки на УФ-спектрометре и проведения в случае необходимости соответствующей очистки по разд. 4.

Силикагель по ГОСТ 3956 марки КСМ.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фильтры обеззоленные.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★



gost.e-ecolog.ru

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

### 3.1. Определение градуировочного коэффициента

В двух пробоотборниках вместимостью 0,5 или 1 $дм^3$ последовательно испаряют несколько проб аммиака так, чтобы в каждом из них накопилось 20—30 мг масла. Допускается применять метод ускоренного испарения по ГОСТ 6221, а также использовать масло из бака компрессора массой 20—30 мг.

Масло смывают через воронку с бумажным фильтром тремя порциями растворителя по 15 $см^3$ в предварительно взвешенный стаканчик. Затем растворитель испаряют в сушильном шкафу или на песчаной бане под тягой при температуре 65 °С—70 °С. Если в качестве растворителя применяют изооктан, то температуру бани повышают до 115 °С—120 °С.

После испарения стаканчик тщательно вытирают снаружи, охлаждают до температуры окружающего воздуха и снова взвешивают (результаты записывают до четвертого десятичного знака).

Массу масла в стаканчике определяют по разности результатов двух взвешиваний.

Затем добавляют в стаканчик 25 $см^3$ растворителя, закрывают крышкой и тщательно смывают растворителем внутренние стенки стаканчика.

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

$$X = \frac{m}{25},$$

где $m$ — масса масла, мг;

25 — объем растворителя, $см^3$.

Полученный раствор помещают в кювету спектрофотометра и измеряют оптическую плотность раствора по отношению к растворителю.

Раствор пригоден для градуирования, если его оптическая плотность при длине волны $\lambda = 259$ нм находится в пределах 0,2—0,8.

Если оптическая плотность $D_{259}$ более 0,8, то исходный раствор разбавляют так, чтобы оптическая плотность разбавленного раствора находилась в указанных пределах.

При разбавлении необходимо отбирать известный объем исходного раствора в новый стаканчик и добавлять известный объем растворителя. После разбавления рассчитывают массовую концентрацию масла во вновь приготовленном растворе.

При оптической плотности градуировочного раствора, равной или меньшей 0,2, необходимо масло вновь извлечь из раствора и приготовить раствор более высокой концентрации.

Для этого растворитель испаряют из стакана досуха и взвешиванием определяют массу масла в стакане. После этого в стакан добавляют новую порцию растворителя так, чтобы массовая концентрация масла в растворе повысилась и оптическая плотность градуировочного раствора находилась в пределах 0,2—0,8.

По измерениям оптической плотности двух параллельных градуировочных растворов вычисляют градуировочный коэффициент ($K_1$) в кубических сантиметрах на миллиграмм-миллилитр по формуле

$$K_1 = \frac{D}{X \cdot S},$$

где $D$ — оптическая плотность;

$X$ — массовая концентрация масла в растворе, мг/$см^3$;

$S$ — толщина кюветы, мм.

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 $P = 0,95$.

В противном случае градуировку следует повторить.

Градуировочный коэффициент испытуемой пробы определяют не реже одного раза в месяц, а также после замены масла в компрессоре.

Примечание. При отправке продукции потребителю в документе необходимо указать градуировочный коэффициент поглощения масла.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

После испарения аммиака пробоотборник промывают тремя порциями растворителя по 10—15 $см^3$ и через стеклянный фильтр все промывные порции сливают в стакан.

Растворитель испаряют из стакана на песчаной бане или в сушильном шкафу под тягой при температуре, указанной в разд. 3.

Одновременно готовят контрольную пробу, испаряя 40 $см^3$ растворителя и растворяя остаток в 10 $см^3$ растворителя. Чистоту растворителя контролируют на спектрофотометре. Растворитель считают чистым, если оптическая плотность контрольной пробы при длине волны $\lambda = 259$ нм ($D_{259}$), измеренная по отношению к дистиллированной воде в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, равна или меньше 0,1. При необходимости растворитель очищают, пропуская его через колонку с силикагелем высотой 70 см и диаметром 4 см.

Для проведения анализа в стакан наливают 10 $см^3$ растворителя, закрывают его крышкой и тщательно обмывают растворителем. Затем кювету заполняют пробой из стакана с помощью шприца или пипетки.

Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны $\lambda = 259$ нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к кювете с контрольной пробой.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую концентрацию масла ($X_1$) в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{D \cdot V_1 \cdot K}{K_1 \cdot V_2 \cdot S},$$

где $D$ — оптическая плотность анализируемого раствора;

$V_1$ — объем растворителя, добавляемого в стакан, $см^3$;

$K$ — коэффициент испарения (ГОСТ 28326.1, приложение);

$K_1$ — градуировочный коэффициент, определяемый по разд. 3, $см^3/мг \cdot мм$;

$V_2$ — объем испарившегося аммиака, $дм^3$;

$S$ — толщина кюветы, мм.

При толщине кюветы $S = 10$ мм, объеме испарившегося аммиака $V_2 = 0{,}2$ $дм^3$ и объеме растворителя $V_1 = 10$ $см^3$ формула примет следующий вид

$$X_1 = 5 \cdot \frac{D \cdot K}{K_1}.$$

Если при определении оптической плотности раствора оказывается, что оптическая плотность при длине волны $\lambda = 259$ нм больше или равна 1, раствор не пригоден для измерения и его необходимо разбавить.

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 $P = 0{,}95$.

## 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 № 3317**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 6221—82 в части приложения 2**

4. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6387—88**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела |
|---|---|
| ГОСТ 1770—74 | 2 |
| ГОСТ 3956—76 | 2 |
| ГОСТ 6221—90 | 1, 2 |
| ГОСТ 6709—72 | 2 |
| ГОСТ 12433—83 | 2 |
| ГОСТ 14198—78 | 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