Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# АММИАК ЖИДКИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

## Спектрофотометрический метод определения массовой концентрации масла

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

**ГОСТ 28326.4—89**

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