*Издание официальное*

| СССР<br>—<br>Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР | ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ | ГОСТ 9827—61 |
|---|---|---|
| | Присадки и масла с присадками<br>МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРА<br>Additives and additive containing oils. Method for the determination of phosphorus content | Группа Б99 |


Метод заключается в сжигании испытуемого продукта в калориметрической бомбе в атмосфере кислорода, в присутствии воды. Получаемая ортофосфорная кислота обрабатывается растворами ванадиевокислого аммония и молибденовокислого аммония. Полученный окрашенный раствор колориметрируется. Содержание фосфора, пропорциональное интенсивности окрашивания полученного раствора, определяется по градуировочной кривой.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на присадки и масла с присадками.

## А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. При определении содержания фосфора применяют:

Фотоэлектроколориметр ФЭК-М с набором кювет.

Бомбы калориметрические самоуплотняющиеся ЛБС. Каждая калориметрическая бомба должна иметь свидетельство об испытании ее гидростатическим давлением на 100 *кгс/см*$^2$. Испытание должно производиться не реже чем через два года, а также в случае явного износа или повреждений и после ремонта. При получении новой бомбы или после ее ремонта внутреннюю часть бомбы и каналы в крышке бомбы тщательно промывают последовательно бензином, спиртом (или эфиром), высушивают и промывают дистиллированной водой.

Трансформатор для получения тока напряжением 10—12 *в* или другой источник получения тока указанного напряжения — для зажигания навески испытуемого продукта.

Кислородный редуктор с манометром высокого давления на 250—300 *кгс/см*$^2$ (предельное давление) для измерения давления в кислородном баллоне и манометром низкого давления на 30—40 *кгс/см*$^2$ (предельное давление 60—75 *кгс/см*$^2$).

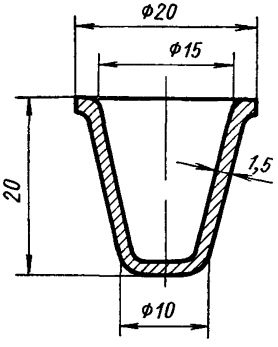
При отсутствии редуктора манометр низкого давления устанавливают на специальной подставке-колонке, имеющей предохранительный клапан, который должен быть отрегулирован на 40 *кгс/см*$^2$.

| Внесен Всесоюзным научно-исследовательским институтом по переработке нефти и газа и получению искусственного жидкого топлива | Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 31/VII 1961 г. | Срок введения 1/VII 1962 г. |
|---|---|---|


**Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена**

Трубки медные цельнотянутые кислородопроводные с внутренним диаметром 1—1,5 *мм*, с припаянными к ним ниппелями, служащие для соединения бомбы через манометр с кислородным баллоном. Манометр и соединительные кислородопроводные трубки должны испытываться гидростатическим давлением в соответствии с действующими инструкциями. Редуктор, манометры, ниппели и кислородопроводные трубки должны быть обезжирены. Смазка соединительных частей приборов со сжатым кислородом не разрешается. В случае загрязнения их смазочным или другим маслом последнее должно быть тщательно удалено промыванием бензином, а затем спиртом или эфиром.

Тигли кварцевые (черт. 1) вместимостью около 2 *мл*.



Черт. 1

Проволоку для запала железную, никелиновую, константановую или медную диаметром 0,1—0,2 *мм*.

Меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—64:

колбы мерные круглые плоскодонные с одной меткой с пришлифованной пробкой номинальной вместимостью 50; 100; 250; 500 и 1000 *мл*; цилиндры измерительные с носиком номинальной вместимостью 25 и 50 *мл*;

пипетки с подразделениями номинальной вместимостью 1; 2; 5; 10 и 25 *мл*;

пипетки без подразделений с одной меткой номинальной вместимостью 0,5; 1; 10 и 25 *мл*.

Эксикатор по ГОСТ 6371—64 с краном (вакуумный).

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 10394—63 номинальной вместимостью 250—500 *мл*.

Воронки стеклянные простые конусообразные по ГОСТ 8613—64 № 2 или № 3.

Промывалки вместимостью 500—1000 *мл* с резиновой грушей.

Баню водяную.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198—48, «х. ч.» или «ч. д. а.».

Кислоту азотную по ГОСТ 4461—48, крепкую.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—60, 0,25%-ный раствор, для приготовления которого 2,5 *г* препарата растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 *мл* примерно в 500 *мл* дистиллированной воды, добавляют 20 *мл* азотной кислоты и приливанием воды доводят объем раствора в колбе до метки.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—64, «х. ч.» или «ч. д. а.», 5%-ный раствор, для приготовления которого 50 *г* препарата растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 *мл* в дистиллирован-

ной воде, приливанием воды доводят объем раствора в колбе до метки и фильтруют.

Кислород по ГОСТ 5583—58, сжатый в баллоне.

При работе со сжатым кислородом обязательно соблюдение действующих правил устройства, содержания и освидетельствования баллонов для сжатых, сжиженных и растворенных газов.

Воду дистиллированную по ГОСТ 6709—53.

Бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026—66.

## Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Приготовление эталонных растворов, содержащих фосфор. В мерной колбе вместимостью 1000 *мл* растворяют в дистиллированной воде 0,4393 *г* однозамещенного фосфорнокислого калия, дважды перекристаллизованного и высушенного в вакуум-эксикаторе; приливанием воды объем раствора в колбе доводят до метки. 1 *мл* полученного раствора содержит 0,1 *мг* фосфора (раствор *А*).

В мерные колбы вместимостью 100 *мл* каждая вводят при помощи пипеток 0,5; 1,0; 1,5; 2,5; 4,0; 6,0; 10,0; 16,0 и 25,0 *мл* раствора *А* и, кроме того, берут одну колбу без раствора *А*.

Затем в каждую колбу приливают 4,0 *мл* азотной кислоты, 10 *мл* 0,25%-ного раствора ванадиевокислого аммония и 10 *мл* 5%-ного раствора молибденовокислого аммония. Добавление этих реагентов производят строго в указанном порядке и после добавления каждого из них содержимое колбы тщательно перемешивают. После этого приливанием дистиллированной воды доводят объем раствора в колбе до метки, содержимое колбы вновь тщательно перемешивают и оставляют стоять на 30 *мин* для получения устойчивого окрашивания. В 1 *мл* полученных эталонных растворов содержатся следующие количества фосфора: 0; 0,0005; 0,0010; 0,0015; 0,0025; 0,0040; 0,0060; 0,0100; 0,0160; 0,0250 *мг*.

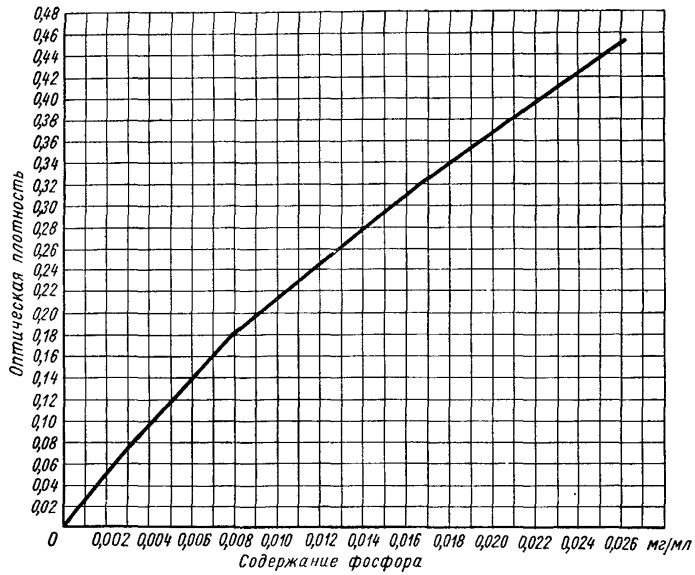
3. Колориметрирование эталонных растворов. По истечении 30-минутного отстоя производят колориметрирование каждого эталонного раствора в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 *мм* при синем светофильтре. Колориметрирование производят в соответствии с инструкцией, приложенной к прибору. При колориметрировании определяют оптическую плотность каждого раствора по шкале прибора.

4. Построение градуировочного графика. Градуировочный график строят на миллиметровой бумаге. Полученные величины оптической плотности эталонных растворов по шкале колориметра откладывают по оси ординат, а соответствующие им количества фосфора в растворе в *мг* на 1 *мл* — по оси абсцисс.

Примерный градуировочный график приведен на черт. 2.

Проверку градуировочного графика производят один раз в 2 месяца по отдельным точкам, для чего приготовляют несколько эталонных растворов с различным содержанием фосфора, как указано выше, и производят их колориметрирование.

В случае ремонта колориметра построение градуировочного графика производят заново.




Черт. 2

## В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

5. Ставят калориметрическую бомбу в подставку и присоединяют ее через редуктор или тройник манометра к кислородному баллону. На дно бомбы наливают 20 *мл* дистиллированной воды.

6. В предварительно тарированный кварцевый тигель берут навеску испытуемой присадки или масла с присадкой с точностью до 0,0002 *г*.

Количество испытуемого продукта для анализа берут в зависимости от предполагаемого содержания в нем фосфора, руководствуясь следующей таблицей.

7. Тигель с навеской испытуемого продукта устанавливают в кольцо внутри калориметрической бомбы и погружают в испытуе-

| Содержание фосфора в % | Навеска продукта в *г* |
|---|---|
| До 1 | 0,40—0,60 |
| Свыше 1 до 2 | 0,20—0,35 |
| » 2 » 3 | 0,15—0,20 |
| » 3 » 4 | 0,10—0,15 |
| » 4 » 5 | 0,05—0,10 |
| » 5 | 0,03—0,05 |

мый продукт среднюю часть запальной проволоки, укрепленной предварительно зачищенными концами к токоведущему штифту и кислородопроводной трубке.

При небольших навесках, когда запальная проволока не погружается в испытуемый продукт, в тигель добавляют 0,2—0,3 *г* масла, не содержащего фосфор.

8. Крышку бомбы завинчивают рукой и осторожно наполняют бомбу кислородом до давления 30 *кгс/см*$^2$.

Когда стрелка манометра остановится на требуемом делении, закрывают сначала впускной вентиль бомбы, затем 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 водяную баню для проверки герметичности. В случае выделения из бомбы пузырьков кислорода бомбу вынимают из воды и добиваются герметичности, после чего дополняют бомбу кислородом и вновь погружают ее в водяную баню.

9. Подключают к наружным клеммам бомбы провода, соединенные с источником тока низкого напряжения (10—12 *в*), и замыкают на 1—2 *сек* цепь электрического тока, подсоединенную к клеммам бомбы; при этом происходит сгорание запальной проволоки и навески испытуемого продукта. Признаком сгорания продукта служит нагревание корпуса бомбы.

Для охлаждения бомбу выдерживают в водяной бане 10 *мин*, после чего бомбу вынимают из воды, вытирают, ставят в подставку, прикрепленную к столу, и осторожно открывают выпускной клапан с таким расчетом, чтобы давление газа в бомбе упало до атмосферного не раньше чем через 5 *мин*.

Если после замыкания электротока не произошло нагревание корпуса бомбы или при отвинчивании крышки бомбы обнаружено неполное сгорание испытуемого продукта, данное определение считают недействительным и повторяют его заново.

10. Раствор из бомбы вместе с кварцевым тиглем переносят в стеклянный стакан вместимостью 250—500 *мл*, тщательно обмы-

вают с помощью промывалки все внутренние части бомбы дистиллированной водой. Все промывные воды (не более 150 *мл*) собирают в тот же стакан. Содержимое стакана, смыв бомбы, подвергают анализу.

11. В стакан со смывом бомбы приливают 10 *мл* азотной кислоты и нагревают до кипения. Затем раствор охлаждают и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 250 *мл*.

*Если после кипячения в растворе наблюдается осадок, его необходимо* отфильтровать через бумажный фильтр, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 *мл*. После отфильтровывания осадка фильтр промывают дистиллированной водой, а промывные воды присоединяют к фильтрату.

12. К раствору в мерной колбе последовательно приливают 20 *мл* 0,25%-ного раствора ванадиевокислого аммония и 20 *мл* 5%-ного раствора молибденовокислого аммония, каждый раз тщательно перемешивая содержимое колбы. Приливанием дистиллированной воды объем раствора в колбе доводят до метки, хорошо перемешивают и оставляют стоять в течение 30 *мин* для стабилизации цвета.

13. Для установления содержания фосфора в испытуемой присадке или масле с присадкой проводят контрольный опыт по пп. 10—12 (без сжигания навески испытуемого продукта).

14. Устанавливают фотоэлектроколориметр по контрольному раствору и колориметрируют испытуемый раствор.

Если интенсивность окраски испытуемого раствора превышает показания шкалы фотоэлектроколориметра, то из мерной колбы берут часть раствора и разбавляют его в 2—4 раза.

## Г. ПОРЯДОК РАСЧЕТА

15. По полученной величине оптической плотности испытуемого раствора находят на градуировочном графике соответствующее содержание фосфора в этом растворе в *мг* на 1 *мл*.

16. Содержание фосфора в испытуемой присадке или масле с присадкой в процентах ($X$) вычисляют по формуле:

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

где:

$C$ — содержание фосфора в колориметрированном испытуемом растворе, определенное по градуировочному графику, в *мг* на 1 *мл*;

$V$ — объем испытуемого раствора в *мл* (в случае колориметрирования разбавленного раствора объем испытуемого раствора умножают на коэффициент разбавления);

$G$ — навеска испытуемого продукта в *мг*.

## Д. ДОПУСКАЕМЫЕ РАСХОЖДЕНИЯ ДЛЯ ПАРАЛЛЕЛЬНЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

17. Расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать следующих величин:

| Содержание фосфора, % | Допускаемые расхождения |
|---|---|
| До 0,1 | 0,02% |
| От 0,1 до 0,5 | 10% от величины меньшего результата |
| Более 0,5 | 5% от величины меньшего результата |

**Замена**

ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—59.
ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 6236—58 в части стаканов и колб и ГОСТ 8534—57.
ГОСТ 8613—64 введен взамен ГОСТ 8613—57.
ГОСТ 6371—64 введен взамен ГОСТ 6371—52.
ГОСТ 3765—64 введен взамен ГОСТ 3765—53.
ГОСТ 12026—66 введен взамен ГОСТ 7246—54, кроме п. 14, подпункта 4.