

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

ПРИСАДКИ И МАСЛА С ПРИСАДКАМИ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОСФОРА

Издание официальное

БЗ 5—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва



## МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

## ПРИСАДКИ И МАСЛА С ПРИСАДКАМИ

## Метод определения фосфора

ГОСТ  
9827—75Additives and additive containing oils.  
Method for determination of phosphorus

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  $\pm 1$  % 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<sup>2</sup>) и манометр низкого давления на 6—7,5 МПа (60—75 кгс/см<sup>2</sup>);

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<sup>3</sup>;





цилиндры измерительные с носиком вместимостью 25 и 50 см<sup>3</sup>;  
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 см<sup>3</sup> в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,1 мг фосфора (раствор А).

В колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> каждая пипетками помещают 0,5; 1; 1,5; 2,5; 4; 6; 10; 16; 25 см<sup>3</sup> раствора А. Одну колбу берут без раствора А. Затем в каждую колбу приливают 4 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 10 см<sup>3</sup> 0,25 %-ного раствора ванадиево-кислого аммония, 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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).



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<sup>3</sup> 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.

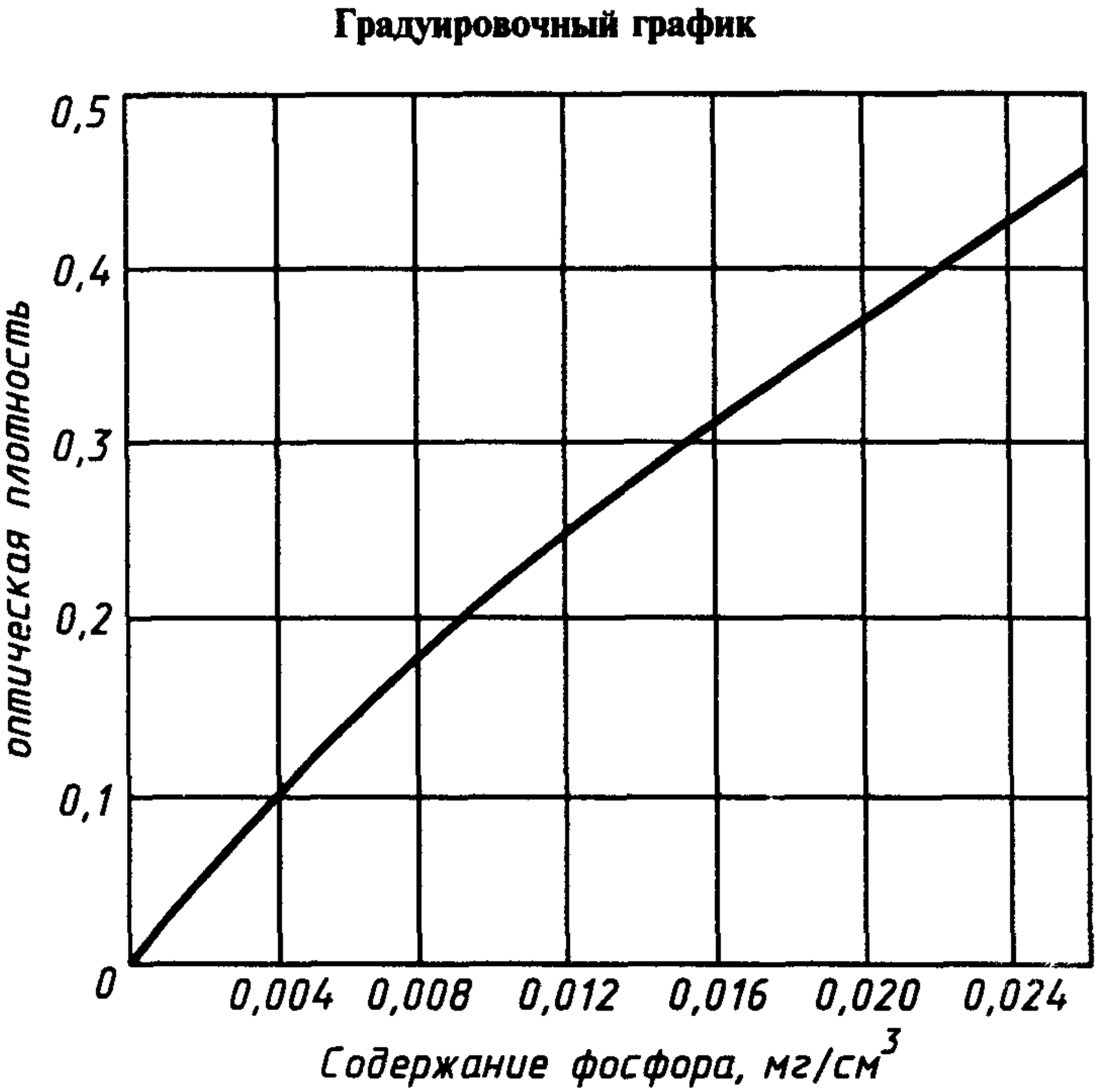
(Измененная редакция, Изм. № 4).

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<sup>2</sup>).

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



Черт. 1

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В калориметрическую бомбу наливают 20 см<sup>3</sup> 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<sup>2</sup>), 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<sup>3</sup>) в тот же стакан.

3.7. В стакан с содержимым, полученным по п. 3.6, приливают 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и нагревают до кипения, затем раствор охлаждают до температуры окружающей среды и количественно переносят в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup> 0,25 %-ного раствора ванадиевокислого аммония и 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> испытуемого раствора, определенное по градуировочному графику, мг;

$V$  — объем испытуемого раствора (при колориметрировании разбавленного раствора объем испытуемого раствора умножают на коэффициент разбавления), см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески испытуемого продукта, мг.

4.3. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последовательных определений.

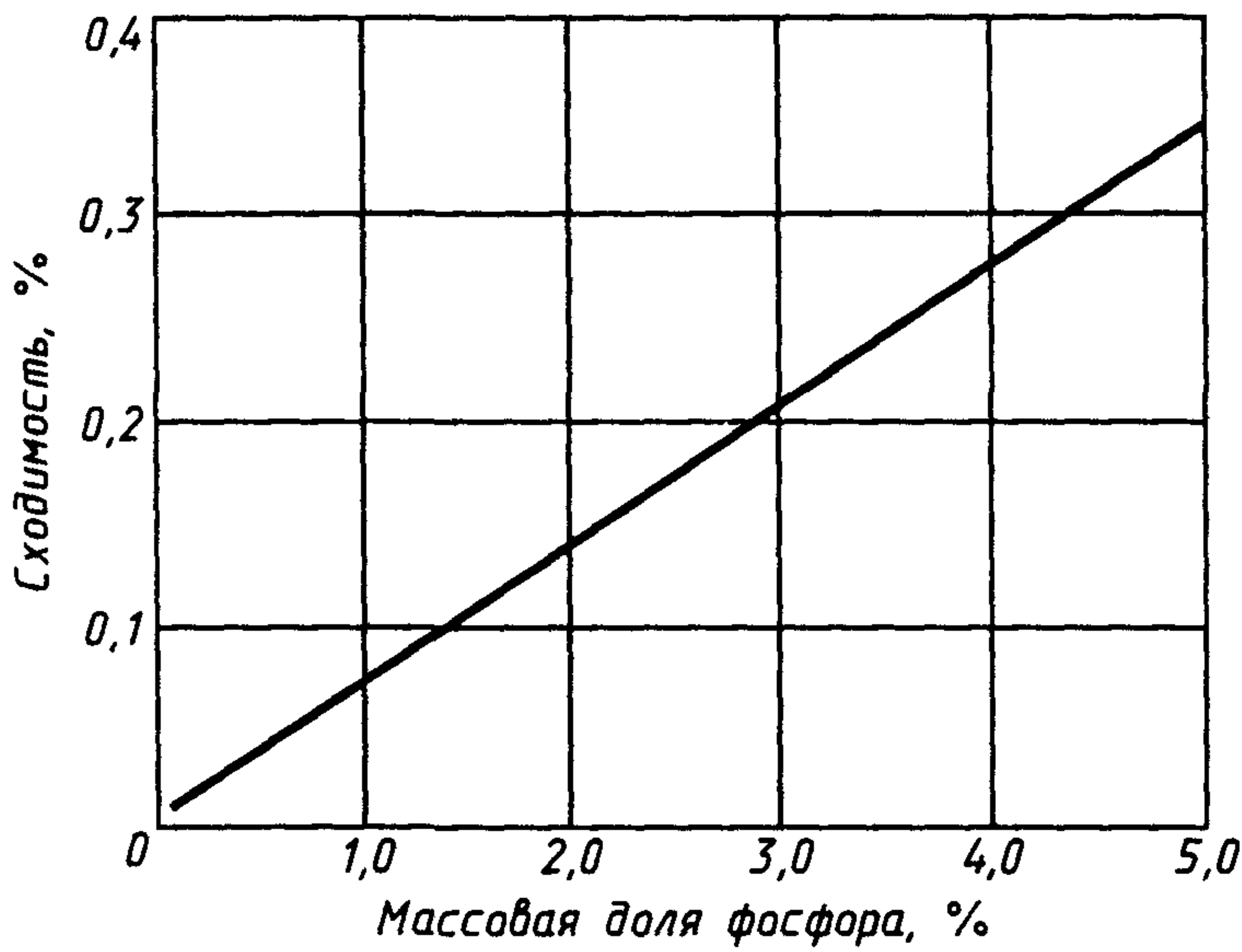
(Измененная редакция, Изм. № 3).



5 ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. Сходимость

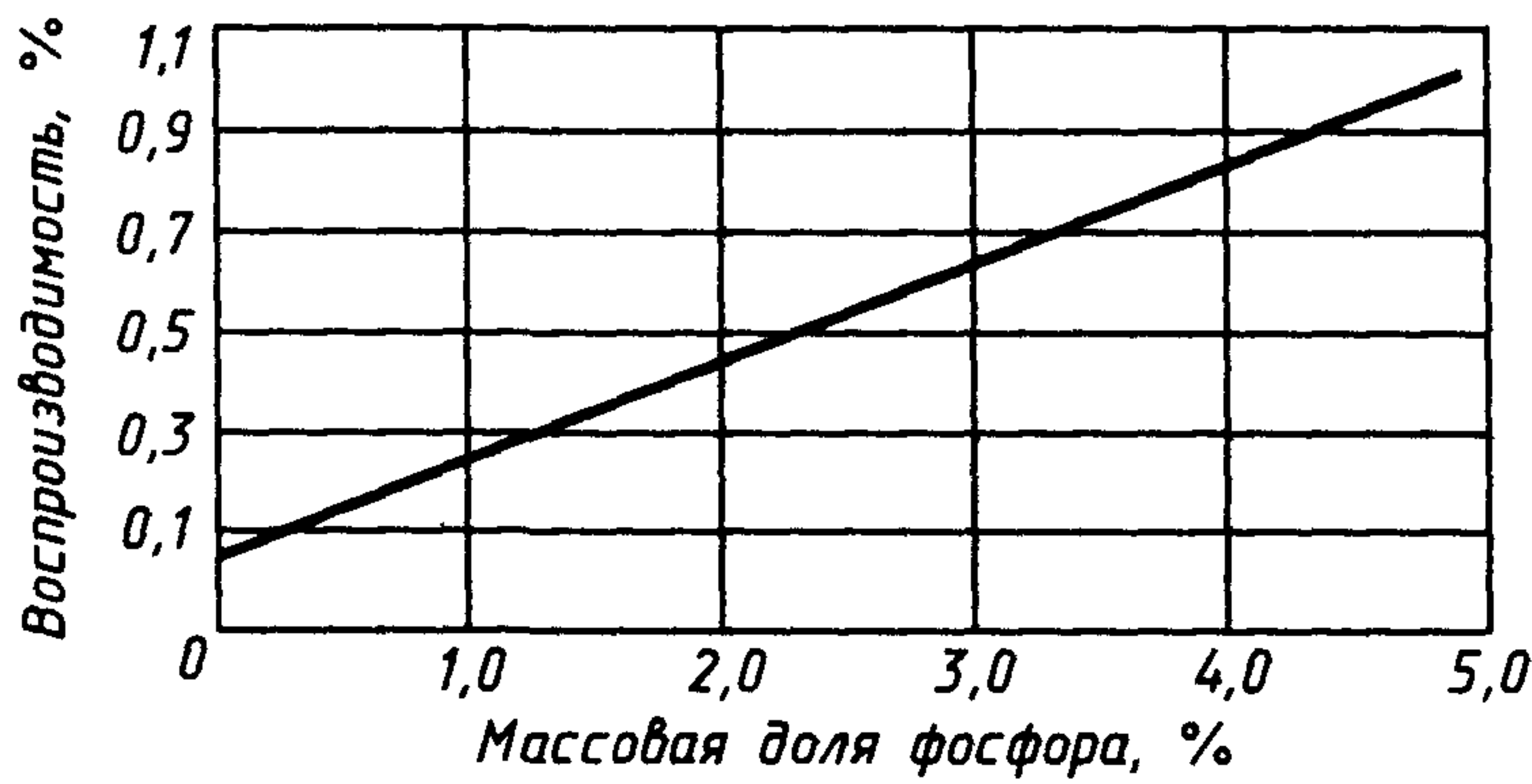
Два результата определений, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,01 % при определении массовой доли фосфора в диапазоне от 0,03 до 0,1 % и значения, приведенного на графике (черт. 2) для большего результата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



ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Е.М. Никоноров, д-р хим. наук; В.В. Булатников, канд. техн.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,<br>на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД,<br>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. ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1998 г.) с Изменениями, утвержденными в ноябре 1981 г., апреле 1984 г., марте 1986 г. и марте 1989 г. (ИУС 2—82, 7—84, 6—86, 6—89)

Редактор Р.С. Федорова  
Технический редактор В.Н. Прусакова  
Корректор Н.И. Гаврищук  
Компьютерная верстка Л.А. Круговой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 10.11.98. Подписано в печать 09.12.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,62.  
Тираж 144 экз. С1544. Зак. 861.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, Москва, Лялин пер., 6.  
Плр № 080102