

**ПРИСАДКИ И МАСЛА С ПРИСАДКАМИ**

**Метод определения фосфора**

**ГОСТ**  
**9827—75**

Additives and additive containing oils.  
Method for determination of phosphorus

МКС 75.080  
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).

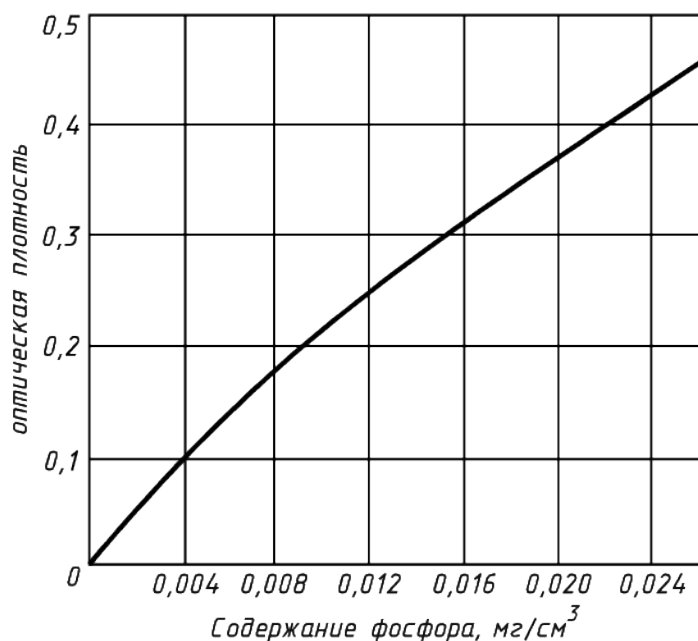
В колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> каждая пипетками помещают 0,5; 1; 1,5; 2,5; 4; 6; 10; 16; 25 см<sup>3</sup> раствора А. Одну колбу берут без раствора А. Затем в каждую колбу приливают 4 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 10 см<sup>3</sup> 0,25 %-ного раствора ванадиево-кислого аммония, 10 см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

Градуировочный график



Черт. 1

гим 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).**

### 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).**

### 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 загрязнении их смазочным или дру-