ГОСТ 28640—90
(МЭК 590—77)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА МИНЕРАЛЬНЫЕ ЭЛЕКТРОИЗОЛЯЦИОННЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АРОМАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ

Издание официальное

БЗ 8—2004

Москва
Стандартинформ
2005

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.315.617.2:543.06:006.354 Группа Б29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА МИНЕРАЛЬНЫЕ ЭЛЕКТРОИЗОЛЯЦИОННЫЕ

Метод определения ароматических углеводородов

ГОСТ 28640—90

Mineral electrical insulating oils.
Method for determination of aromatic hydrocarbons

(МЭК 590—77)

МКС 29.040.10
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.01.92

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический и адсорбционно-хроматографический методы определения содержания ароматических углеводородов в электроизоляционных минеральных маслах.

Спектрофотометрический метод рекомендуется для контроля качества и приемочных испытаний электроизоляционных минеральных масел. В нем использовано отношение коэффициента поглощения при 1610 $см^{-1}$ к результатам анализа *n-d-M* для определения доли всех атомов углерода в структурах ароматического кольца. Коэффициент преобразования, выведенный из этого отношения, может быть применен к маслам с молекулярной массой 290—500 при содержании ароматических углеводородов 1,2 %—60 %.

Адсорбционно-хроматографический метод дает описание измерений массовой доли полярных соединений и соединений, содержащих не менее одного ароматического кольца на молекулу низкомолекулярных электроизоляционных минеральных масел.

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Инфракрасный спектрофотометрический метод

2.1.1. Сущность метода

Регистрируют инфракрасный спектр поглощения анализируемого образца и измеряют характеристику поглощения ароматического кольца при 1610 $см^{-1}$ как функцию количества ароматических углеводородов.

2.1.2. Аппаратура

Спектрофотометр инфракрасный.

Спектрофотометр с двойным лучом и разрешающей способностью более 3 $см^{-1}$ в районе 1600 $см^{-1}$.

Камера.

Камера жидкостная инфракрасная с постоянной или изменяемой толщиной слоя, окнами из хлористого натрия. Толщина слоя составляет от 0,05 до 0,30 мм и определяется с точностью не менее ± 0,003 мм.

Оптимальная толщина зависит от содержания ароматических углеводородов, которое нужно определить.

Толщину слоя можно определить любым способом, описанным в справочниках по инфракрасной спектрофотометрии.

2.1.3. Методика

Регулируют спектрофотометр в соответствии с инструкцией.

Наполняют камеру исследуемым маслом.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

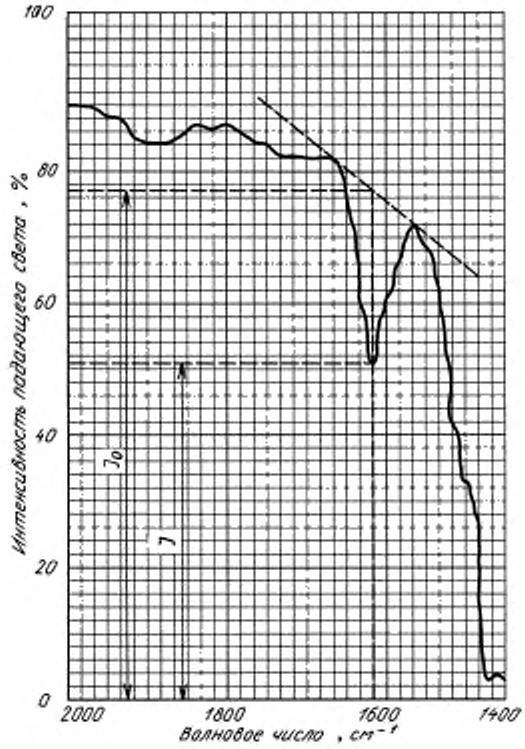
© Издательство стандартов, 1990
© Стандартинформ, 2005

Устанавливают камеру в спектрометр в правильном положении.

Записывают полный инфракрасный спектр.

Измеряют интенсивность поглощения при 1610 $см^{-1}$, используя в качестве базовой линии касательную к кривой спектра в минимальных пунктах полосы поглощения (черт. 1).

Типовой инфракрасный спектр для определения содержания ароматических углеводородов



Черт. 1

2.1.4. Расчет результата

Содержание ароматических углеводородов (СА) в процентах вычисляют по формуле

$$CA = 1{,}2 + 9{,}8\,\frac{\log_{10}\frac{I_0}{I}}{l},$$

где I_0 — интенсивность падающего света, %;

I — интенсивность пропущенного света, %;

l — толщина слоя, мм.

2.1.5. Точность

Для оценки приемлемости результатов (95%-ная доверительная вероятность) используют критерии сходимости и воспроизводимости.

Сходимость (r) — результаты, воспроизведенные одним и тем же оператором, следует считать сомнительными, если их расхождение превышает значение, указанное в табл. 1.

Воспроизводимость (R) — результаты, представленные каждой из двух лабораторий, следует считать сомнительными, если их расхождение превышает значение, указанное в табл. 1.

Таблица 1

Критерии	5 % ≤ СА ≤ 60 %	1,2 % < СА < 5 %
Сходимость	5 %	20 %
Воспроизводимость	10 %	25 %

2.2. Адсорбционно-хроматографический метод

2.2.1. Сущность метода

Образец, разбавленный *n*-пентаном, фракционируют в колонке, наполненной активированным силикагелем.

Выделяют две фракции:

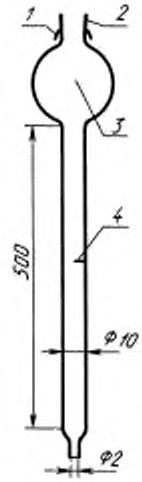
1) насыщенные углеводороды (парафины и нафтены);

2) полярные соединения (ароматические углеводороды плюс сернистые, кислородные или азотные соединения).

2.2.2. Аппаратура

Колонка адсорбционная (черт. 2), состоящая из стеклянной трубки длиной 50 см, внутренним диаметром 1 см, коническая внизу (внутренний диаметр суженного конца 2 мм) и с колбой вместимостью 50 см^3 на верхнем конце. Колонка имеет отметку, соответствующую объему 10 г силикагеля.

Стеклянная адсорбционная колонка вместимостью 50 см^3



1 — стеклянные крючки; *2* — притертое соединение 10/19; *3* — емкость; *4* — калиброванная отметка на 10 г силикагеля

Черт. 2

Насос вакуумный с охлаждаемой ловушкой.

Цилиндры мерные (1 деление = 1 см^3) вместимостью 25 см^3.

Устройство нагревательное (водяная или масляная баня, нагревательная рубашка), в котором можно поддерживать температуру 50 °С—100 °С.

Колбы испарительные.

Колба для взвешивания вместимостью 20 см^3.

2.2.3. Реактивы

Силикагель, просеянный через сито с размером ячеек 100—200 мк, активированный перед использованием в печи при 160 °С в течение 8 ч.

Примечание. Предпочтительный размер пор от 2 до 4 нм.

n-Пентан химически чистый.

Диэтиловый эфир химически чистый.

2.2.4. Методика

В нижний конец чистой сухой стеклянной адсорбционной колонки помещают ватный тампон, необходимый для поддерживания сорбента.

Сразу же после активации, не давая остыть, в колонку насыпают 10 г силикагеля, слегка постукивая по колонке для равномерного уплотнения.

Сверху силикагеля кладут небольшой ватный тампон.

Примечание. По возможности активированный силикагель нужно беречь от влаги воздуха (т. е. рекомендуется герметизировать колонку при наполнении и при охлаждении адсорбента).

Взвешивают (0,5 ± 0,0002) г испытуемого масла в весовой колбе на 20 см^3 и разбавляют 5 см^3 *n*-пентана.

Наливают в колонку с адсорбентом 10 см^3 *n*-пентана. Элюируют этот растворитель и, как только уровень растворителя достигнет верхнего края адсорбента, добавляют разбавленный образец.

Тщательно промывают весовую колбу небольшим количеством *n*-пентана. Заливают этот растворитель сверху в колонку.

Когда весь разбавленный образец будет поглощен силикагелем, добавляют по 10 см^3 *n*-пентана, чтобы колонка не высыхала.

Собирают фракции в 25 см^3 мерные цилиндры.

После того, как добавлен испытуемый раствор и собрано от 10 до 20 см^3 *n*-пентана, определяют точку разделения между насыщенными и полярными соединениями (т. е. ароматическими) следующим способом:

капают одну каплю фильтрата на фильтровальную бумагу (ватман № 1);

дают растворителю испариться;

если насыщенные углеводороды полностью элюированы, то на бумаге на просвет не будет видно масляного остатка;

повторяют процедуру через каждые 2 см^3, пока от капли на бумаге не будет оставаться следов масла.

Собирают в предварительно взвешенную колбу фракции, выделенные до полного выхода из колонки насыщенных углеводородов (фракция 1).

Элюируют из колонки оставшиеся полярные соединения этиловым эфиром.

Собирают выделенную фракцию во взвешенную испарительную колбу (фракция 2).

Испаряют отдельно фракции 1 и 2 сначала при 50 °С и, наконец, в вакууме (2 торра) при 100 °С (1 торр = 1,3·10^3 Па) в течение периода времени, достаточного для удаления растворителя.

Примечание. В процессе испарения нужно следить за тем, чтобы не было потерь легких фракций самого образца.

Взвешивают оба остатка с точностью до ± 0,0002 г (масса *S* для фракции 1 и масса *A* для фракции 2).

Примечание. Методика применена правильно, если сумма масс остатков ($S + A$) находится в пределах 98 %—102 %.

2.2.5. Расчет результата

Содержание ароматических углеводородов и других полярных соединений (С) в процентах вычисляют по формуле

$$C = \frac{A\,100}{A + S},$$

где *A* — масса ароматических углеводородов (и других полярных соединений), г;

S — масса насыщенных углеводородов, г.

Примечания:

1. При применении этого метода можно допустить, что все полярные производные являются углеводородными соединениями.

2. Если в особых случаях необходимо провести различие между содержанием действительно ароматических углеводородов и других полярных соединений (т. е. органических соединений, содержащих O, S или N),

то принимают, что все соединения кислорода, серы и азота содержат только один гетероатом (O, S или N) на молекулу и обладают одинаковой с изоляционным маслом средней молекулярной массой.

Фактическим содержанием ароматических углеводородов будет разность общего содержания ароматических и полярных соединений и содержания соединений кислорода, азота и серы.

3. Если нужны дополнительные сведения по разным классам ароматических углеводородов (моно-, ди-, полиароматических и соответствующих полярных соединений), для исследований могут быть использованы более совершенные методы.

2.2.6. Точность

Для оценки приемлемости результатов (95%-ная доверительная вероятность) могут быть использованы критерии сходимости и воспроизводимости.

Сходимость (r) — результаты, воспроизведенные одним и тем же оператором, следует считать сомнительными, если их расхождение превышает значение, указанное в табл. 2.

Таблица 2

Критерий	% ароматических углеводородов	
	≥ 10	< 10
Сходимость	5	5
Воспроизводимость	14	20

Воспроизводимость (R) — результаты, представленные каждой из двух лабораторий, следует считать сомнительными, если их расхождение превышает значение, указанное в табл. 2.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР**

2. **Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 10.08.90 № 2381 введен в действие государственный стандарт СССР ГОСТ 28640—90, в качестве которого непосредственно применена Публикация МЭК 590—77, с 01.01.92**

3. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2005 г.**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 14.07.2005. Подписано в печать 03.08.2005. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55. Тираж 70 экз. Зак. 504. С 1586.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., д. 4.
gost.e-ecolog.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru