МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 32391— 2013**

# МАСЛА МОТОРНЫЕ

## Определение испаряемости методом капиллярной газовой хроматографии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 ноября 2013 г. № 61-П)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|---|
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 692-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32391—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 6417—09 «Стандартный метод оценки испаряемости моторного масла методом капиллярной газовой хроматографии» («Standard test method for estimation of engine oil volatility by capillary gas chromatography», IDT).

Стандарт подготовлен Комитетом ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы», и непосредственную ответственность за метод несет Подкомитет D02.04.0H по методам хроматографического разделения.

Наименование настоящего межгосударственного стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Термины, определения и сокращения . . . . . 2
4 Сущность метода . . . . . 2
5 Назначение и использование . . . . . 3
6 Аппаратура . . . . . 3
7 Реактивы и материалы . . . . . 4
8 Подготовка аппаратуры . . . . . 7
9 Проведение испытания . . . . . 9
10 Обработка результатов . . . . . 12
11 Стандартные образцы . . . . . 14
12 Прецизионность и смещение . . . . . 15
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам . . . . . 16

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# МАСЛА МОТОРНЫЕ

## Определение испаряемости методом капиллярной газовой хроматографии

Engine oils. Test method for determination of volatility by capillary gas chromatography

**Дата введения — 2015—01—01**

## 1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод количественной оценки испаряемости моторных масел при температуре 371 °С (700 °F) методом капиллярной газовой хроматографии.

1.1.1 При необходимости настоящий метод испытаний также можно использовать для количественной оценки испаряемости масла в диапазоне температур от 126 °С до 371 °С.

1.2 Настоящий метод применяют в диапазоне температур от температуры начала кипения выше 126 °С (259 °F) или первой калибровочной точки до температуры конца кипения ниже 615 °С (1139 °F) или последних элюируемых *н*-алканов в калибровочной смеси образцов, содержащих базовые смазочные масла. Область применения настоящего метода испытания можно расширить при использовании других приборов и колонок.

1.3 В настоящем методе испытания используют принципы метода имитированной дистилляции.

1.4 Настоящий метод испытаний можно использовать как для базового смазочного масла, так и для смазочных масел, содержащих набор присадок.

Набор присадок обычно содержит высококипящие компоненты с высокой молекулярной массой, которые не элюируют из хроматографической колонки в условиях испытания. Используемая в настоящем методе испытаний процедура вычисления предполагает, что все компоненты пробы элюируют из колонки и детектируются с одинаковой чувствительностью. Это предположение не следует распространять на образцы с высококипящими присадками, т. к. можно получить завышенные результаты по сравнению с предполагаемыми. Поэтому результаты, полученные по настоящему методу испытания, записывают как процент площади пика масла.

1.5 Значения в системе единиц СИ рассматривают как стандартные. Значения в системе дюйм-фунт приведены для информации.

1.6 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)[1)].

ASTM D 2887, Standard test method for boiling range distribution of petroleum fractions by gas chromatography (Стандартный метод разделения нефтяных фракций по температурам кипения методом газовой хроматографии)

[1)] Ссылки на стандарты ASTM можно уточнить на сайте ASTM website, gost.e-ecolog.ru ; службе поддержки клиентов ASTM gost.e-ecolog.ru а также в информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Website standard's Document Summary).

**Издание официальное**

ASTM D 4626, Standard practice for calculation of gas chromatographic response factors (Стандартная практика вычисления газохроматографических коэффициентов отклика)

ASTM D 5800, Standard test method for evaporation loss of lubricating oils by the Noack method (Стандартный метод определения потерь от испарения смазочных масел методом Ноак)

ASTM E 355, Standard practice for gas chromatography terms and relationships (Стандартная практика для терминов в газовой хроматографии и их взаимосвязь)

ASTM E 594, Standard practice for testing flame ionization detectors used in gas or supercritical fluid chromatography (Стандартная практика для проверки пламенно-ионизационных детекторов, используемых в газовой или высокоэффективной жидкостной хроматографии)

ASTM E 1510, Standard practice for installing fused silica open tubular capillary columns in gas chromatographs (Стандартная практика для установки открытых кварцевых капиллярных колонок в газовых хроматографах)

CEC L-40—93, Evaporation loss of lubricating oils (Noack evaporative tester) [Потери от испарения смазочных масел (испарительный аппарат Ноак)][1)]

## 3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены термины и определения, приведенные в ASTM E 355, ASTM E 594 и ASTM E 1510, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **площадь пика** (area slice): Площадь, полученная в результате интегрирования сигнала хроматографического детектора в пределах заданного интервала времени удерживания. В режиме измерения площади пика (см. 6.5.2) параметры детектирования пика не используют, а суммарный сигнал детектора записывают как площадь пиков, соответствующих последовательным фиксированным интервалам времени.

3.1.2 **скорректированная площадь пика** (corrected area slice): Площадь пика, скорректированная с учетом смещения базовой линии путем вычитания соответствующей площади пика, измеренной по результатам ранее выполненного холостого испытания.

3.1.3 **суммарная скорректированная площадь пика** (cumulative corrected area): Общая сумма скорректированных площадей пиков, измеренных в течение заданного времени удерживания (RT) без площади пиков при холостом испытании (например, площадь пика растворителя).

3.1.4 **скорость измерения площади пика** (slice rate): Промежуток времени, используемый для интегрирования постоянного (аналогового) сигнала хроматографического детектора при испытании. Скорость измерения площади пика выражают в герцах (например, количество операций интегрирования или количество измерений площади пика в секунду).

3.1.5 **время измерения площади пика** (slice time): Суммарная скорость измерения площади пика (время проведения испытания) в зависимости от площади каждого пика при хроматографическом анализе. Время измерения площади пика — это время до завершения измерения площади каждого пика.

3.1.6 **общая площадь пика пробы** (total sample area): Суммарная скорректированная площадь пика от начальной до конечной точки хроматограммы.

### 3.2 Сокращения

Принятым способом сокращения наименования углеводородных соединений является обозначение числа атомов углерода в соединении. Префикс используют для указания формы углеродной цепочки, нижний индекс обозначает число атомов углерода (например, нормальный декан — *н*-$C_{10}$; изотетрадекан — *i*-$C_{14}$).

## 4 Сущность метода

4.1 Для элюирования углеводородных компонентов пробы по возрастанию температуры кипения используют открытую неполярную капиллярную газохроматографическую колонку.

4.2 Для снижения вязкости аликвоту пробы разбавляют растворителем и вводят в хроматографическую систему. Неразбавленные пробы испытывали в одной лаборатории. Прецизионность метода была определена с использованием разбавленных проб. Перед проведением испытания неразбавленной

[1)] Можно получить в Европейском координационном совете (CEC), C/o Interlynk Administrative Services, Ltd., P.O. Box 6475, Earl Shilton, Leicester, LE9 9ZB, UK, gost.e-ecolog.ru

пробы должно быть подтверждение получения результатов, аналогичных полученным при испытании разбавленной пробы. Испарение пробы обеспечивают нагреванием линии ввода пробы или нагреванием колонки в термостате.

4.3 Температуру колонки в термостате повышают с воспроизводимой линейной скоростью для разделения углеводородных компонентов в порядке возрастания температуры кипения. Элюирование компонентов пробы количественно определяется с использованием пламенно-ионизационного детектора (FID). Суммарный сигнал детектора записывают как площадь пиков, соответствующих последовательным интервалам времени удерживания (RT) при испытании.

4.4 Значения времени удерживания (RT) известных углеводородов в пределах области применения настоящего метода ($C_8$ — $C_{60}$) определяют и коррелируют с их температурой кипения. Время удерживания при температуре 371 °С (700 °F) вычисляют с использованием линейной регрессии, применяя калибровку, выполненную с использованием *н*-алканов. Общую скорректированную площадь пика пробы, определенную для времени удерживания при температуре 371 °С, используют для вычисления масла (в процентах), испарившегося при температуре 371 °С.

## 5 Назначение и использование

5.1 Определение испаряемости моторного масла при температуре 371 °С (700 °F) является обязательным требованием некоторых спецификаций на смазочные масла.

5.2 Настоящий метод испытания разработан в качестве альтернативы методу испытания по ASTM D 5800 и методу Ноак для определения потерь от испарения смазочных масел (CEC L-40—93). Результаты, полученные по настоящему методу испытания, не эквивалентны результатам, полученным по ASTM D 5800. Вычисленные результаты оценки испаряемости масла по настоящему методу испытания могут быть недостоверными при наличии присадок (полимерных материалов), которые могут не полностью элюироваться из газохроматографической колонки из тяжелых базовых масел. Результаты настоящего метода испытания также могут не коррелироваться с результатами других методов определения испаряемости для неуглеводородных синтетических масел.

5.3 Настоящий метод испытания можно использовать для испытания смазочных материалов, не включенных в область применения других методов испытаний с использованием методов имитированной дистилляции, например по ASTM D 2887.

## 6 Аппаратура

### 6.1 Хроматограф

Используют газохроматографическую систему, включающую:

6.1.1 Термостат колонки, обеспечивающий стабильную работу с линейным программированием температуры от приблизительно температуры окружающей среды (например, от 35 °С до 50 °С) до 400 °С.

**6.1.2 Устройство программирования температуры колонки**

Хроматограф должен обеспечивать линейное программирование температуры до 400 °С с разными линейными скоростями до 20 °С/мин. Скорость программирования должна быть воспроизводимой для получения показателя повторяемости времени удерживания 0,1 мин (6 с) для каждого компонента калибровочной смеси (см. 7.6).

**6.1.3 Детектор**

Используют пламенно-ионизационный детектор по ASTM E 594.

6.1.3.1 Рабочая температура — до 400 °С.

6.1.3.2 Чувствительность — не менее 0,005 Кл/г углерода.

6.1.3.3 Предел обнаружения — $1 \cdot 10^{-11}$ г углерода/с.

6.1.3.4 Линейный диапазон — $10^6$.

6.1.3.5 Соединение колонки с детектором должно быть выполнено так, чтобы температура детектора не опускалась ниже температуры колонки. Требования к установке и кондиционированию капиллярной колонки приведены в ASTM E 1510.

**6.1.4 Система ввода пробы**

Используют любую систему ввода пробы, обеспечивающую выполнение требований, изложенных в 7.6. Можно использовать систему испарения с программированием температуры и систему ввода пробы непосредственно в колонку с программируемым охлаждением.

### 6.2 Микрошприц

Для ввода пробы непосредственно в колонку используют микрошприц из нержавеющей стали вместимостью от 0,1 до 10 мкл с иглой калибра не более 23.

6.2.1 Для повышения точности рекомендуется использовать автоматический шприц.

### 6.3 Колонка

Используют открытые капиллярные колонки диаметром 0,53 мм из стекла, кварцевого стекла или нержавеющей стали. Внутренняя поверхность колонки должна быть покрыта неполярной жидкой фазой (WCOT) с высокой термической стабильностью. Используют поперечно-сшитую или привитую метилсиликоновую жидкую фазу толщиной слоя от 0,10 до 1,0 мкм. Длина колонки и толщина слоя жидкой фазы должны обеспечивать элюирование углеводорода не менее *н*-$C_{60}$ (температура кипения 615 °С). Колонка и рабочие условия должны обеспечивать разделение нефтяных углеводородов в порядке возрастания температуры кипения и соответствовать требованиям к разрешению колонки (см. 8.2.1).

### 6.4 Система контроля потока газа-носителя/давления

Пропускают через колонку и хроматографическую систему оптимальный поток газа-носителя. Для обеспечения подачи газа-носителя при постоянной скорости потока в течение выполнения температурной программы система должна быть оборудована устройством поддержания постоянного давления/постоянного потока.

### 6.5 Система сбора данных

#### 6.5.1 Записывающее устройство

Для графического отображения используют регистрирующий потенциометр с диапазоном измерения от 0 до 1 мВ или равноценное устройство с временем отклика на полную шкалу не более 2 с.

#### 6.5.2 Интегратор

Для определения суммарной площади пиков используют электронный интегратор или компьютер с системой сбора и обработки хроматографических данных. Интегратор/компьютерная система должна иметь стандартное хроматографическое программное обеспечение для определения времени удерживания и площади элюируемых пиков (режим детектирования пика). Также система должна обеспечивать преобразование постоянно интегрируемого сигнала детектора в площади пиков с фиксированной продолжительностью (режим измерения площади пика). Площади смежных пиков, полученные при испытании, сохраняют для последующей обработки. Электронный диапазон интегратора/компьютера (например, 1 В, 10 В) должен быть в пределах линейного диапазона используемого детектора/электроизмерительной системы.

Примечание 1 — Некоторые газовые хроматографы имеют алгоритм, встроенный в программное обеспечение, позволяющий сохранять в памяти математическую модель профиля базовой линии. Этот профиль автоматически вычитается из сигнала детектора при последующих испытаниях проб для компенсации фона фазы колонки. Некоторые системы интегрирования сохраняют и автоматически вычитают результаты холостого испытания из результатов последующих определений.

## 7 Реактивы и материалы

### 7.1 Газ-носитель

Гелий, азот или водород высокой чистоты (**Предупреждение** — Сжатые газы гелий и азот находятся под высоким давлением. Водород — легковоспламеняющийся газ под высоким давлением). Желательно дополнительно очищать газ-носитель с использованием молекулярных сит или других подходящих веществ для удаления воды, кислорода и углеводородов. Используемое давление должно обеспечивать постоянную скорость потока газа-носителя.

### 7.2 Водород

В качестве топлива для пламенно-ионизационного детектора используют водород высокой чистоты (не содержащий углеводороды) (**Предупреждение** — Водород — легковоспламеняющийся газ под высоким давлением).

### 7.3 Воздух

В качестве окислителя для пламенно-ионизационного детектора используют сжатый воздух высокой чистоты (не содержащий углеводороды) (**Предупреждение** — Сжатый воздух — газ под высоким давлением, огнеопасный).

7.4 В качестве растворителя для снижения вязкости пробы используют сероуглерод ($CS_2$) чистотой не менее 99 %. Для получения относительно низкого отклика пламенно-ионизационного детектора сероуглерод смешивают с битумом. Перед использованием в настоящем методе сероуглерода в качестве растворителя определяют в нем содержание углеводородов (**Предупреждение** — Сероуглерод чрезвычайно огнеопасен и токсичен).

7.5 В качестве растворителя для снижения вязкости пробы также используют циклогексан (чистотой не менее 99 %). Смешивают с битумом, однако это дает достаточно высокий отклик пламенно-ионизационного детектора. Перед использованием в настоящем методе циклогексана в качестве растворителя пробы, определяют в нем содержание углеводородов (**Предупреждение** — Циклогексан является легковоспламеняющимся).

### 7.6 Калибровочная смесь

Используют качественную смесь *н*-алканов (обычно от $C_8$ до $C_{60}$), растворенных в подходящем растворителе. Конечная концентрация должна составлять примерно одну часть смеси *н*-алканов на сто частей растворителя. Рекомендуют не менее одного соединения в смеси с температурой кипения ниже температуры начала кипения анализируемой пробы, в соответствии с областью распространения настоящего стандарта (см. 1.1). Рекомендуется в калибровочной смеси использовать не менее одиннадцати известных *н*-алканов (например, $C_8$, $C_9$, $C_{10}$, $C_{12}$, $C_{16}$, $C_{20}$, $C_{30}$, $C_{40}$, $C_{50}$, $C_{52}$ и $C_{60}$). Температуры кипения *н*-алканов указаны в таблице 1.

Примечание 2 — Калибровочную смесь готовят, растворяя синтетический парафин в летучем растворителе (например, дисульфиде углерода или циклогексане). Можно использовать растворы, содержащие одну часть синтетического парафина на двести частей растворителя. Для выполнения требований 7.5 добавляют углеводороды с низкой температурой кипения.

### 7.7 Смесь для проверки линейности отклика

Готовят количественно взвешенную смесь примерно из десяти индивидуальных углеводородов (чистотой не менее 99 %), охватывающих интервал кипения образцов, указанный в разделе 1 настоящего стандарта. Компонентом с максимальной температурой кипения должен быть углеводород *н*-$C_{60}$ или с большим числом атомов углерода. Смесь должна содержать углеводород *н*-$C_{40}$. Для получения раствора с содержанием каждого компонента в диапазоне примерно от 0,5 % масс. до 2,0 % масс. используют соответствующий растворитель.

Таблица 1 — Температуры кипения *н*-алканов[A), B)]

| Число атомов углерода | Температура кипения, °C | Температура кипения, °F | Число атомов углерода | Температура кипения, °C | Температура кипения, °F |
|---|---|---|---|---|---|
| 2 | Минус 89 | Минус 127 | 11 | 196 | 385 |
| 3 | Минус 42 | Минус 44 | 12 | 216 | 421 |
| 4 | 0 | 31 | 13 | 235 | 456 |
| 5 | 36 | 97 | 14 | 254 | 488 |
| 6 | 69 | 156 | 15 | 271 | 519 |
| 7 | 98 | 209 | 16 | 287 | 548 |
| 8 | 126 | 258 | 17 | 302 | 516 |
| 9 | 151 | 303 | 18 | 316 | 601 |
| 10 | 174 | 345 | 19 | 330 | 625 |

*Продолжение таблицы 1*

| Число атомов углерода | Температура кипения, °C | Температура кипения, °F | Число атомов углерода | Температура кипения, °C | Температура кипения, °F |
|---|---|---|---|---|---|
| 20 | 344 | 651 | 54 | 592 | 1098 |
| 21 | 356 | 675 | 55 | 506 | 1005 |
| 22 | 369 | 696 | 56 | 600 | 1112 |
| 23 | 380 | 716 | 57 | 604 | 1119 |
| 24 | 391 | 736 | 58 | 608 | 1126 |
| 25 | 402 | 755 | 59 | 612 | 1134 |
| 26 | 412 | 774 | 60 | 615 | 1139 |
| 27 | 422 | 791 | 61 | 619 | 1146 |
| 28 | 431 | 808 | 62 | 622 | 1152 |
| 29 | 440 | 824 | 63 | 625 | 1157 |
| 30 | 449 | 840 | 64 | 629 | 1164 |
| 31 | 458 | 856 | 65 | 632 | 1170 |
| 32 | 466 | 870 | 66 | 635 | 1175 |
| 33 | 472 | 885 | 67 | 638 | 1180 |
| 34 | 481 | 898 | 68 | 641 | 1186 |
| 35 | 489 | 912 | 69 | 644 | 1191 |
| 36 | 496 | 925 | 70 | 647 | 1197 |
| 37 | 503 | 937 | 71 | 650 | 1202 |
| 38 | 509 | 948 | 72 | 653 | 1207 |
| 39 | 516 | 961 | 73 | 655 | 1211 |
| 40 | 522 | 972 | 74 | 658 | 1216 |
| 41 | 528 | 982 | 75 | 661 | 1222 |
| 42 | 534 | 993 | 76 | 664 | 1227 |
| 43 | 540 | 1004 | 77 | 667 | 1233 |
| 44 | 545 | 1013 | 78 | 670 | 1238 |
| 45 | 550 | 1022 | 79 | 673 | 1243 |
| 46 | 556 | 1033 | 80 | 675 | 1247 |
| 47 | 561 | 1042 | 81 | 678 | 1252 |
| 48 | 566 | 1051 | 82 | 681 | 1258 |
| 49 | 570 | 1058 | 83 | 683 | 1291 |
| 50 | 575 | 1067 | 84 | 686 | 1267 |
| 51 | 579 | 1074 | 85 | 688 | 1270 |
| 52 | 584 | 1083 | 86 | 691 | 1276 |
| 53 | 588 | 1090 | 87 | 693 | 1279 |

*Окончание таблицы 1*

| Число атомов углерода | Температура кипения, °C | Температура кипения, °F | Число атомов углерода | Температура кипения, °C | Температура кипения, °F |
|---|---|---|---|---|---|
| 88 | 695 | 1283 | 95 | 710 | 1310 |
| 89 | 697 | 1287 | 96 | 712 | 1314 |
| 90 | 700 | 1292 | 97 | 714 | 1317 |
| 91 | 702 | 1296 | 98 | 716 | 1321 |
| 92 | 704 | 1299 | 99 | 718 | 1324 |
| 93 | 706 | 1303 | 100 | 720 | 1328 |
| 94 | 708 | 1306 | | | |

[A] Первоначально в API 44 31 в октябре 1972 г. были получены данные по температурам кипения нормальных углеводородов, указанных в таблице 1. Однако через несколько лет некоторые данные, полученные в API 44 (Проект термодинамического исследования углеводородов) и указанные в настоящем стандарте, изменились и не являются эквивалентными. В таблице 1 представлены текущие значения температуры кипения нормальных углеводородов, принятые подкомитетом ASTM D02.04 и используемые во всех методах испытаний под юрисдикцией комитета D02.04.0H.

[B] В настоящем стандарте для калибровки использованы температуры кипения *н*-углеводородов, округленные до целого числа. Указанные в таблице 1 температуры кипения, округленные до целого числа, верные в градусах Цельсия и в градусах Фаренгейта. Однако при преобразовании одних единиц измерения в другие и дальнейшем округлении значения до целого числа для *н*-алканов с некоторым количеством атомов углерода результаты не будут соответствовать значениям, приведенным в таблице 1. Например, температура кипения *н*-гептана составляет 98,425 °C. Это значение в таблице 1 округлено до 98 °C. При преобразовании значения 98,425 °C получают значение 209,165 °F, которое округляют до 209 °F. При преобразовании значения 98 °C получают значение 208,4 °F, которое округляют до 208 °F. Значения температур кипения *н*-алканов с количеством атомов углерода 2, 4, 7, 8, 9, 13, 14, 15, 16, 25, 27 и 32 зависят от округления.

## 8 Подготовка аппаратуры

### 8.1 Подготовка газового хроматографа

8.1.1 Подготовку к работе газового хроматографа и вспомогательного оборудования проводят в соответствии с инструкциями изготовителя оборудования. Рекомендуемые рабочие условия приведены в таблице 2.

8.1.2 Присоединяют колонку к впускному каналу детектора так, чтобы конец колонки располагался как можно ближе к соплу пламенно-ионизационного детектора (FID). Следует соблюдать инструкции, изложенные в ASTM E 1510.

8.1.3 Периодически проверяют работоспособность пламенно-ионизационного детектора и, при необходимости, удаляют все отложения, образовавшиеся в результате сгорания жидкой силиконовой фазы или других веществ, влияющие на чувствительность детектора.

8.1.4 Периодически проверяют вкладыш инжектора и начальный участок колонки. При необходимости удаляют отложения или остатки пробы.

Таблица 2 — Рекомендуемые рабочие условия

| Параметр | Условие |
|---|---|
| Инжектор | Инжектор для ввода проб непосредственно в колонку с охлаждением |
| Температура инжектора | Режим контроля термостата |
| Автоматическая система ввода пробы | Требуется для повышения точности анализа |
| Сбор данных | Данные регистрируют как площади отдельных пиков (средняя скорость измерения площади составляет 3 пика в секунду) |
| Колонка | Капиллярная, длиной 5 м, внутренним диаметром 0,53 мм, толщина пленки жидкой фазы от 0,1 до 1,0 мкм (полиметилсилоксан) |

*Окончание таблицы 2*

| Параметр | Условие |
|---|---|
| Условия потока | Сверхчистый гелий при расходе 12 мл/мин (постоянный поток) или оптимизированный для колонки (вспомогательный газ гелий при расходе 18 мл/мин) |
| Детектор | Пламенно-ионизационный, температура 390 °С |
| Программа термостата | Начальная температура термостата 50 °С; начальное время удерживания 0 мин; скорость нагрева 10 °С/мин;<br>конечная температура термостата 380 °С; конечное время удерживания 12 мин; время достижения равновесия 2 мин |
| Объем пробы | 1 мкл |
| Разбавление пробы | В сероуглероде — до 2 % масс. |
| Разбавление калибровочной смеси | В сероуглероде — до 1 % масс. |

**8.1.5 Кондиционирование колонки**

Для получения стабильной хроматографической базовой линии кондиционируют новую колонку при максимальной рабочей температуре метода испытаний для снижения или исключения потерь жидкой фазы. Следуют указаниям, изложенным в ASTM E 1510.

**8.2 Рабочие характеристики системы**

**8.2.1 Разрешение колонки**

Разрешение колонки, определяемое физическими параметрами колонки и рабочими условиями, влияет на разделение в зависимости от температуры кипения пробы. Устанавливают разрешение, обеспечивающее эквивалентность между разными системами (лабораториями), использующими настоящий метод испытания. Разрешение определяют по формуле (1), используя результаты испытания калибровочной смеси (7.6) с углеводородами $C_{50}$ и $C_{52}$. Разрешения $R$ должно быть не менее единицы при использовании идентичных условий испытания проб.

$$R = 2\frac{t_2 - t_1}{1{,}699\left(w_2 - w_1\right)}, \quad (1)$$

где $t_2$ — время удерживания для максимума пика *н*-$C_{52}$, с;
$t_1$ — время удерживания для максимума пика *н*-$C_{50}$, с;
$w_2$ — ширина пика на половине высоты пика *н*-$C_{52}$, с;
$w_1$ — ширина пика на половине высоты пика *н*-$C_{50}$, с.

**8.2.2 Калибровка сигнала детектора**

Настоящий метод испытания предполагает, что отклик пламенно-ионизационного детектора для нефтяных углеводородов пропорционален массе индивидуальных компонентов. Это проверяют при вводе системы в эксплуатацию и при любых изменениях системы или параметров эксплуатации. Для проверки линейности сигнала (7.7) испытывают смесь, используя процедуру, применяемую для испытания пробы (см. раздел 9). Вычисляют относительный коэффициент чувствительности детектора $F_н$ для каждого *н*-алкана (относительно *н*-тетраконтана) в соответствии с ASTM D 4626 по формуле

$$F_н = \frac{M_н A_{40}}{M_{40} A_н}, \quad (2)$$

где $M_н$ — масса *н*-алканов в смеси, г;
$A_{40}$ — площадь пика *н*-тетраконтана;
$M_{40}$ — масса *н*-тетраконтана в смеси, г;
$A_н$ — площадь пика *н*-алканов.

Отклонение $F_н$ от единицы для каждого *н*-алкана не должно превышать ± 5 %.

**8.2.3 Температура колонки**

Профиль программы температуры колонки выбирают таким образом, чтобы до окончания температурной программы разделялись пики растворителя и первого *н*-алкана в калибровочной смеси (*н*-$C_8$)

и обеспечивалось элюирование из колонки *н*-алканов (*н*-$C_{60}$) с максимальной температурой кипения (615 °С). На фактическую скорость используемой программы влияют другие рабочие параметры, например размеры колонки, используемый газ-носитель, скорость потока и объем пробы.

**8.2.4 Характеристики колонки**

В качестве жидкой фазы колонки используют неполярную фазу, например 100%-ный полиметилсилоксан.

## 9 Проведение испытания

### 9.1 Программа проведения испытания

Для обеспечения максимальной воспроизводимости определения испытания проводят в соответствии с программой, включающей:

- охлаждение термостата колонки и инжектора до начальной температуры,
- время достижения состояния равновесия,
- ввод пробы и запуск системы,
- выполнение испытания,
- время поддерживания конечной температуры.

Типичные условия проведения работы см. в таблице 2.

9.1.1 После установления условий хроматографирования в соответствии с требованиями испытания, программируют максимальную температуру колонки и время ее выдерживания. В соответствии с программой проведения испытания охлаждают колонку до начальной температуры.

9.1.2 В процессе охлаждения и достижения состояния равновесия подготавливают интегратор/компьютерную систему. Если выполняют калибровку времени удерживания, используют режим детектирования пика. Для испытания проб и корректировки базовой линии (с вводом или без ввода растворителя) используют режим измерения площади пика. Это не требуется, если расчеты выполняются с использованием программы интегрирования пика, как указано в 10.3.2. Рекомендуемая скорость измерения площади пика для настоящего метода испытания составляет 5,0 Гц (5 пиков в секунду). Допускается использовать другую скорость измерения площади пика, соответствующую пределам от 0,02 % до 0,2 % от времени удерживания последнего калибровочного компонента ($C_{60}$). Используют другие значения скорости измерения площади пика, если предусмотрены средства для сбора (группировки) данных измерения площади пиков в этих пределах перед разделением по температурам кипения.

9.1.3 В соответствии с программой вводят в хроматограф калибровочную смесь, растворитель, или пробу или выполняют испытание без ввода пробы (холостой анализ базовой линии). При введении пробы начинают выполнение рабочего цикла хроматографа и сбор данных в интеграторе/компьютере. Выполняют последовательно операции в соответствии с программой для всех последующих повторных испытаний или калибровок. Поскольку не предполагается полное разрешение пиков пробы, при испытании не меняют параметры чувствительности.

### 9.2 Холостой анализ базовой линии

Холостой анализ (холостой анализ базовой линии) выполняют не менее одного раза для каждой партии образцов. Холостой анализ выполняют без ввода пробы или с вводом эквивалентного объема растворителя, который используют для ввода пробы в зависимости от последующих операций обработки данных для корректировки базовой линии/влияния растворителя. Холостой анализ обычно выполняют перед испытанием пробы, его можно проводить между испытаниями пробы или в конце серии испытаний пробы для получения дополнительных данных о работе прибора или остатках пробы от предыдущих испытаний.

### 9.3 Холостой анализ растворителя

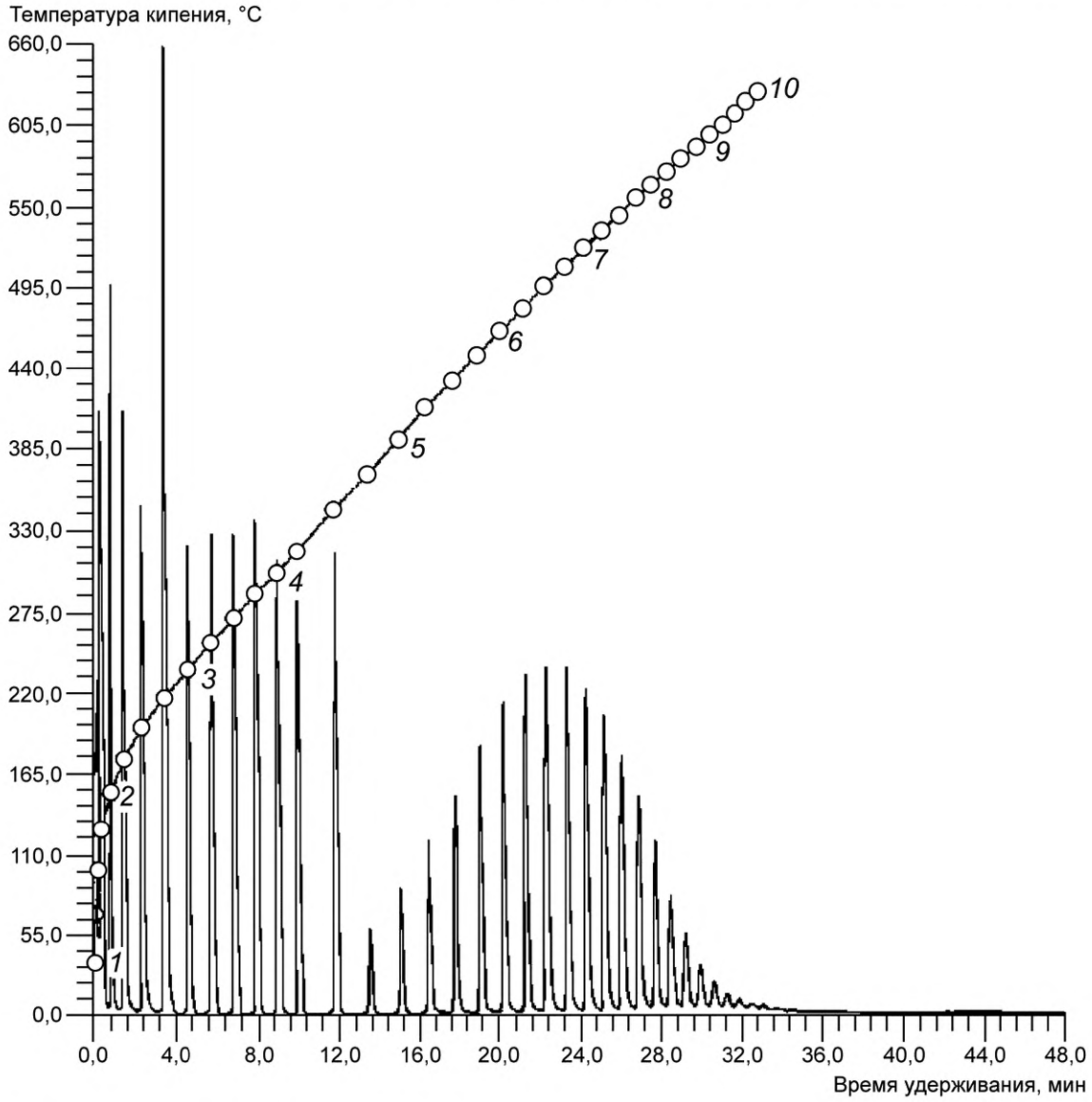
Поскольку не все компоненты, содержащиеся в пробе моторного масла, элюируют из колонки, не рекомендуется проводить испытание проб базового масла без присадок без холостого анализа растворителя. Холостой анализ растворителя выполняют после испытания каждой серии образцов моторного масла.

Примечание 3 — Если газовый хроматограф обеспечивает автоматическую корректировку базовой линии (см. примечание 1), дополнительная корректировка площади пиков не требуется. Если после корректировки базовой линии погрешность регистрации сигнала из-за влияния электронных блоков превышает допустимые пределы, проводят дополнительную корректировку площади пика вычислением погрешности. Погрешность регистрации сигнала определяют, используя специальные инструкции для оборудования. Если используемый алгоритм не

определен, проверяют данные измерения площади пика для определения необходимости дополнительной корректировки. Определяют погрешность регистрации корректированного сигнала, проверяя скорректированные площади пиков для тех временных пиков, которые предшествуют элюированию любого хроматографически неудерживаемого вещества. Если эти скорректированные площади пиков (представляющие истинную базовую линию) имеют отклонение от нуля, вычитают среднее значение этих скорректированных площадей пиков из каждой скорректированной площади пика при испытании.

### 9.4 Калибровка времени удерживания в зависимости от температуры кипения

Для каждой партии анализируемых образцов выполняют калибровку времени удерживания в зависимости от температуры кипения. В соответствии с программой проведения испытания вводят в хроматограф соответствующую аликвоту (от 0,2 до 2,0 см$^3$) калибровочной смеси (7.6). Регистрируют данные (детектирование пика) для определения времени удерживания пика и площади пика для каждого компонента. Если необходимо разделение по температуре кипения, измеряют время удерживания, соответствующее площади пика. На рисунке 1 приведена диаграмма калибровочного анализа.




Разрешение колонки в диапазоне: 3,4 (1; 8)
Асимметрия пика 14 в диапазоне: 1,1 (0,5; 2,0)

*1* — н-С5; *2* — н-С9; *3* — н-С13; *4* — н-С17; *5* — н-С24; *6* — н-С32; *7* — н-С40; *8* — н-С48; *9* — н-С56; *10* — н-С64

Рисунок 1 — Типичная калибровочная кривая с графиком

9.4.1 Проверяют хроматограмму калибровочной смеси на наличие асимметричных пиков (не соответствующих форме кривой распределения Гаусса). Асимметрия часто является признаком перегрузки колонки, что приводит к смещению вершины пика относительно неперегруженных пиков. При перегрузке колонки возможны ошибки в измерении времени удерживания и ошибки в калибровке температуры кипения. Жидкая фаза колонки влияет на допустимый объем пробы. Повторно анализируют калибровочную смесь с использованием меньшего объема пробы или более разбавленного раствора для предотвращения искажения пика.

9.4.2 Заполняют калибровочную таблицу на основе результатов анализа калибровочной смеси, записывая время удерживания для максимума каждого пика и температуру кипения в градусах Цельсия (или Фаренгейта) каждого компонента в смеси. Температуры кипения *н*-алканов указаны в таблице 1. Пример калибровочной таблицы для *н*-алканов приведен в таблице 3.

Таблица 3 — Калибровочная таблица для *н*-алканов

| Пик | Время удерживания | Температура кипения | |
|---|---|---|---|
| | | °F | °C |
| *н*-С5 | 0,14 | 97 | 36 |
| *н*-С6 | 0,20 | 156 | 69 |
| *н*-С7 | 0,32 | 209 | 98 |
| *н*-С8 | 0,51 | 258 | 126 |
| *н*-С9 | 0,90 | 303 | 151 |
| *н*-С10 | 1,56 | 345 | 174 |
| *н*-С11 | 2,48 | 385 | 196 |
| *н*-С12 | 3,58 | 421 | 216 |
| *н*-С13 | 4,73 | 456 | 235 |
| *н*-С14 | 5,88 | 488 | 254 |
| *н*-С15 | 7,00 | 519 | 271 |
| *н*-С16 | 8,07 | 548 | 287 |
| *н*-С17 | 9,11 | 576 | 302 |
| *н*-С18 | 10,09 | 601 | 316 |
| *н*-С20 | 11,92 | 651 | 344 |
| *н*-С22 | 13,58 | 696 | 369 |
| *н*-С24 | 15,12 | 736 | 391 |
| *н*-С26 | 16,55 | 774 | 412 |
| *н*-С28 | 17,89 | 808 | 431 |
| *н*-С30 | 19,14 | 840 | 449 |
| *н*-С32 | 20,32 | 870 | 466 |
| *н*-С34 | 21,42 | 898 | 481 |
| *н*-С36 | 22,47 | 925 | 496 |
| н-С38 | 23,47 | 948 | 509 |
| *н*-С40 | 24,41 | 972 | 522 |
| *н*-С42 | 25,31 | 993 | 534 |

*Окончание таблицы 3*

| Пик | Время удерживания | Температура кипения | |
|---|---|---|---|
| | | °F | °C |
| *н*-С44 | 26,17 | 1013 | 545 |
| *н*-С46 | 26,99 | 1033 | 556 |
| *н*-С48 | 27,78 | 1051 | 566 |
| *н*-С50 | 28,54 | 1067 | 575 |
| *н*-С52 | 29,27 | 1083 | 584 |
| *н*-С54 | 29,97 | 1098 | 592 |
| *н*-С56 | 30,64 | 1112 | 600 |
| *н*-С58 | 31,28 | 1126 | 608 |
| *н*-С60 | 31,91 | 1139 | 615 |
| *н*-С62 | 32,5 | 1152 | 622 |

### 9.5 Подготовка пробы

Вводят аликвоту раствора пробы в соответствующем растворителе (например, в сероуглероде или циклогексане) в газовый хроматограф.

9.5.1 Помещают примерно от 0,1 до 1,0 г аликвоты пробы в пузырек-виалу с обжимным или завинчивающимся колпачком.

9.5.2 Разбавляют растворителем аликвоту образца до содержания образца приблизительно 2 % масс.

9.5.3 Герметично закрывают пузырек-виалу колпачком и тщательно перемешивают содержимое до получения однородной смеси.

### 9.6 Анализ образца

В соответствии с программой проведения испытания вводят аликвоту образца в газовый хроматограф. Записывают время измерения пиков при испытании (режим измерения площади пиков).

9.6.1 Выбранный объем введенной пробы не должен превышать диапазон линейного отклика детектора. Стандартный объем пробы для разбавленного образца составляет от 0,2 до 2,0 $см^3$. Максимальная амплитуда сигнала пробы не должна превышать максимальную амплитуду калибровочного сигнала (см. 9.4.1).

## 10 Обработка результатов

10.1 Заполняют таблицу зарегистрированных времен удерживания для калибровочного стандартного образца (смесь *н*-алканов) в зависимости от температуры кипения. Вычисляют время удерживания, соответствующее температуре 371 °С (700 °F), с использованием линейной регрессии и интерполяции.

10.1.1 Указания по применению линейной регрессии можно найти в математических справочниках. Можно вычислять, используя калькулятор и программное обеспечение.

10.2 Вычитают результат холостого испытания (см. 9.3) из результата испытания пробы (см. 9.6). При использовании автоматической коррекции базовой линии (см. примечание 3) эту процедуру не используют.

10.3 Определяют общую площадь пика пробы и площадь до времени удерживания, соответствующую температуре 371 °С (700 °F). Это может быть выполнено суммированием площадей пиков или используя обычные процедуры интегрирования пика в системах хроматографических данных. Определение базовой линии образца моторного масла приведено на рисунке 2.

10.3.1 Если используют суммирование площадей пиков, для определения начала и конца элюирования пробы применяют процедуру вычисления по ASTM D 2887.

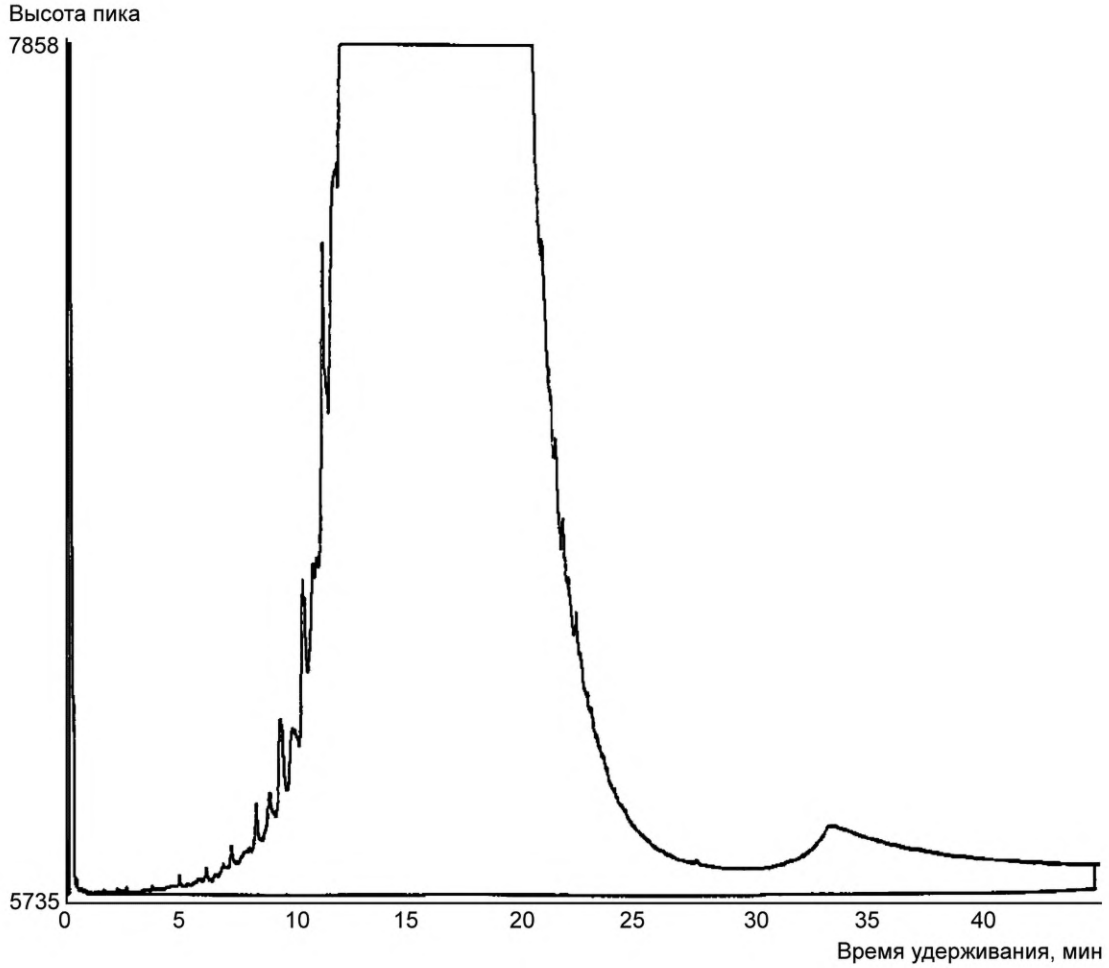



Рисунок 2 — Определение базовой линии образца моторного масла

10.3.1.1 Суммируют площади пиков от начала элюирования пробы до площади последнего пика в конце испытания с использованием горизонтальной базовой линии. В результате получают общую площадь пика пробы *C*.

10.3.1.2 Суммируют площади пиков с момента элюирования пробы до пика, соответствующего времени удерживания при температуре 371 °C (700 °F) (см. 10.1). В результате получают площадь пика пробы *B* до температуры 371 °C.

10.3.2 Если используют программу интегрирования пиков, устанавливают параметры интегрирования для определения общей площади пика пробы *C*.

10.3.2.1 Устанавливают параметры интегрирования для определения общей площади пика с начала элюирования пробы до времени удерживания, соответствующего температуре 371 °C (см. 10.1) с использованием горизонтальной базовой линии. В результате получают площадь пика *B* до температуры 371 °C.

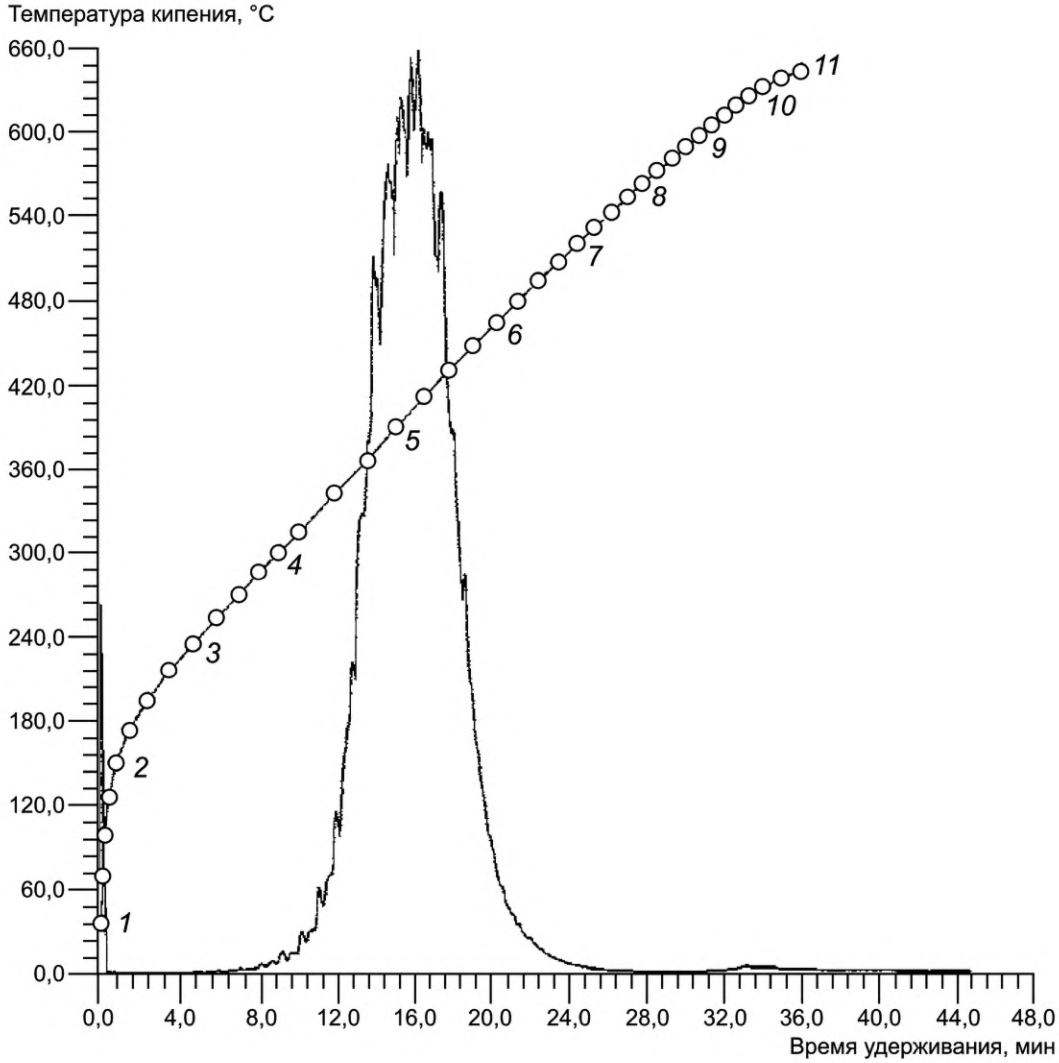
10.4 Вычисляют испаряемость моторного масла *A*, %, до температуры 371 °C по формуле

$$A = 100\frac{B}{C}, \tag{3}$$

где *B* — площадь пика моторного масла до температуры 371 °C;

*C* — общая площадь пика пробы моторного масла.

10.5 Регистрируют результат по площади масла, испарившегося до температуры 371 °C (700 °F), по хроматограмме с точностью до 0,1 %. На рисунке 3 приведен пример обработки результатов вычисления испаряемости и хроматограммы моторного масла.




Начальное время: 0,99 мин
Конечное время: 44,82 мин
Площадь: 10960,8
Ширина пика: 0,30 с
Базовая линия с вычитанием: нет
От положения OFF (отключено) до 371,1 °С: 15,8 %

Уровень начального сигнала: 5,738 мВ
Уровень конечного сигнала: 5,780 мВ
Файл калибровки: dds250
Дата калибровки: 06/19/96

*1* — *н*-С5; *2* — *н*-С9; *3* — *н*-С13; *4* — *н*-С17; *5* — *н*-С24; *6* — *н*-С32; *7* — *н*-С40; *8* — *н*-С48; *9* — *н*-С56; *10* — *н*-С64; *11* — *н*-С70

Рисунок 3 — Пример обработки результатов вычисления испаряемости моторного масла

## 11 Стандартные образцы

11.1 Характеристики настоящего метода испытаний контролируют с помощью испытания стандартного образца для каждой партии проб. Принятое значение стандартного образца определяют по результатам межлабораторных сличительных испытаний. Прецизионность, установленная по результатам межлабораторных сличительных испытаний, должна соответствовать прецизионности настоящего метода испытаний (см. раздел 12). Соответствующие стандартные образцы можно приобрести у поставщиков стандартных образцов.

## 12 Прецизионность и смещение[1)]

### 12.1 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода испытаний, установленная по результатам статистического анализа результатов межлабораторных испытаний в диапазоне от 1,8 % до 19,8 %, приведена в таблице 4.

Таблица 4 — Показатели прецизионности

| Испаряемость при температуре 371 °С (700 °F), % | Повторяемость | Воспроизводимость |
|---|---|---|
| 2,0 | 0,19 | 0,85 |
| 3,0 | 0,23 | 1,05 |
| 4,0 | 0,27 | 1,21 |
| 5,0 | 0,30 | 1,35 |
| 6,0 | 0,33 | 1,48 |
| 7,0 | 0,36 | 1,60 |
| 8,0 | 0,38 | 1,71 |
| 9,0 | 0,41 | 1,81 |
| 10,0 | 0,43 | 1,91 |
| 11,0 | 0,45 | 2,00 |
| 12,0 | 0,47 | 2,09 |
| 13,0 | 0,49 | 2,18 |
| 14,0 | 0,51 | 2,26 |
| 15,0 | 0,52 | 2,34 |
| 16,0 | 0,54 | 2,41 |
| 17,0 | 0,56 | 2,49 |
| 18,0 | 0,57 | 2,56 |
| 19,0 | 0,59 | 2,63 |

#### 12.1.1 Повторяемость *r*

Расхождение между последовательными результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати:

$$r = 0{,}1352X^{0{,}5}, \quad (4)$$

где $X$ — уровень испаряемости.

#### 12.1.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода испытаний, может превышать следующие значения только в одном случае из двадцати:

$$R = 0{,}6036X^{0{,}5}, \quad (5)$$

где $X$ — уровень испаряемости.

### 12.2 Смещение

Смещение не может быть определено, поскольку испаряемость масла при температуре 371 °С (700 °F) определена только в терминах настоящего метода испытания.

---

[1)] Можно получить по запросу исследовательского отчета RR D02-1451 в штаб-квартире ASTM International.

## Приложение ДА
## (справочное)

### Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта |
|---|---|---|
| ASTM D 2887 | — | * |
| ASTM D 4626 | — | * |
| ASTM D 5800 | IDT | ГОСТ 32330—2013 «Масла смазочные. Определение потерь от испарения методом Ноак» |
| ASTM E 355 | — | * |
| ASTM E 594 | — | * |
| ASTM E 1510 | — | * |
| CEC L-40—93 | — | * |

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:

- IDT — идентичный стандарт.

УДК 665.7:543.241.5:006.354 МКС 75.100

Ключевые слова: моторные масла, испаряемость, разделение по температурам кипения, капиллярная газовая хроматография

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 19.08.2019. Подписано в печать 27.08.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,33. Уч.-изд. л. 2,10.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru