МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 33093— 2014**

# МАСЛА БАЗОВЫЕ

## Газохроматографический метод определения N-метилпирролидона

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 Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2014 г. № 72-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 |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 486-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33093—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52532—2006 «Масла базовые. Газохроматографический метод определения N-метилпирролидона»

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, 2015, 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# МАСЛА БАЗОВЫЕ

## Газохроматографический метод определения N-метилпирролидона

Base oils. Gas chromatographic method for determination of N-methylpyrrolidone

**Дата введения — 2016—07—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на базовые масла, не содержащие фенола, и устанавливает газохроматографический метод определения N-метилпирролидона.

## 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).

ГОСТ 2517—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 31873—2012 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстрагировании N-метилпирролидона из образца продукта гептаном и водой с последующим хроматографическим исследованием водной вытяжки и сопоставлением площадей пиков N-метилпирролидона в искусственной смеси и испытуемой пробе.

## 4 Аппаратура, реактивы и материалы

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка стеклянная или из нержавеющей стали длиной 1 м, диаметром 3—4 мм.

Микрошприцы любого типа вместимостью 1,5 и 10 мкл.

Центрифуга с набором пробирок, обеспечивающая скорость вращения 2500 $мин^{-1}$.

Весы лабораторные, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,001 г.

Весы технические, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,01 г.

**Издание официальное**

Баня водяная.

Линейка измерительная с ценой деления 1 мм. Допускается обработка хроматограммы с помощью интегратора или персонального компьютера любого типа.

Лупа измерительная.

Сорбент Хромосорб 103, фракция от 0,15 до 0,20 мм или другой сорбент с аналогичными свойствами.

Газ-носитель: гелий, азот.

Водород технический марки А.

Воздух из магистральной линии.

Ацетон, ч.

Хлороформ, х. ч.

*н*-Гептан, х. ч.

N-метилпирролидон с содержанием основного вещества не менее 99,80 % масс. и температурой кипения 202 °С.

Масло индустриальное марки И-20А или И-40А.

Раствор гидроксида калия х. ч. или ч. д. а., 5 % масс.

Спирт этиловый.

Вода дистиллированная, pH 5,4—6,6.

Бюретки вместимостью 25 и 50 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 250 и 500 $см^3$.

Стакан вместимостью 50 $см^3$

Палочки стеклянные.

Допускается применение аналогичных средств измерения, реактивов и аппаратуры по классу точности и чистоте не ниже предусмотренных настоящим стандартом.

## 5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873.

## 6 Подготовка к испытанию

### 6.1 Подготовка хроматографа

Хроматограф готовят к работе и выводят на режим в соответствии с инструкцией изготовителя прибора.

### 6.2 Подготовка хроматографических колонок

Перед заполнением сорбентом хроматографические колонки промывают растворителями (хлороформом, ацетоном, этиловым спиртом), сушат воздухом, вновь промывают раствором гидроксида калия (КОН) концентрацией 5 % масс. для удаления со стенок колонок N-метилпирролидона от предыдущих испытаний и снова сушат воздухом. После этого заполняют колонки сорбентом и помещают в термостат хроматографа при температуре 100 °С, присоединив только к испарителю.

Кондиционируют колонки в потоке газа-носителя (расход 50—60 $см^3$/мин) при повышении температуры термостата от 100 °С до 250 °С со скоростью 1 °С/мин и выдерживают 24 ч при температуре 250 °С. Затем охлаждают колонки до температуры окружающей среды, устанавливают рабочий расход газа-носителя через обе колонки 30—35 $см^3$/мин и присоединяют их к детектору.

### 6.3 Приготовление искусственной смеси

6.3.1 Проверяют индустриальное масло, используемое для приготовления искусственной смеси, на наличие N-метилпирролидона. Для этого масло хроматографируют по 8.1. При отсутствии сигнала N-метилпирролидона масло можно использовать для приготовления смеси.

6.3.2 N-метилпирролидон очищают перегонкой с использованием дефлегматора и отбирают фракцию при температуре кипения N-метилпирролидона. Определяют концентрацию основного вещества любым доступным методом.

6.3.3 Искусственную смесь готовят гравиметрически добавлением N-метилпирролидона в индустриальное масло. Содержание N-метилпирролидона в смеси должно быть не более 0,002 % масс.

Концентрацию N-метилпирролидона в искусственной смеси $C_0$, % масс., вычисляют по формуле

$$C_0 = \frac{A \cdot m}{M}, \quad (1)$$

где $A$ — концентрация основного вещества, N-метилпирролидона (6.3.2), вводимого в смесь, % масс.;
$m$ — масса N-метилпирролидона, введенная в индустриальное масло, г;
$M$ — общая масса смеси, г.

### 6.4 Подготовка искусственной смеси

6.4.1 Искусственную смесь подогревают на водяной бане до температуры не выше 70 °С и перемешивают в течение 5 мин. В центрифужную пробирку отбирают (1,0 ± 0,1) г с точностью до 0,001 г искусственной смеси (6.3), приливают из бюретки 1 см$^3$ дистиллированной воды и 5 см$^3$ *н*-гептана.

6.4.2 Содержимое пробирки нагревают при температуре не выше 70 °С в течение 5 мин, затем перемешивают 1 мин. Помещают пробирку в центрифугу и центрифугируют в течение 10 мин при скорости 2500 мин$^{-1}$. После разделений фаз удаляют верхний слой, а нижний слой используют для хроматографирования.

6.5 Подготовку испытуемого образца проводят по 6.4.

## 7 Проведение испытания

7.1 Хроматографирование искусственной смеси и испытуемого образца проводят при следующих условиях:

Температура термостата, °С:
- колонок . . . . . 215;
- детектора . . . . . 240;
- испарителя . . . . . 230.

Расход газов, см$^3$/мин:
- гелия, азота . . . . . 30;
- водорода . . . . . 30—35;
- воздуха . . . . . 290—300.

Скорость движения диаграммной ленты, мм/мин . . . . . 6

Объем образца в пределах от 0,2 до 10 мкл подбирают экспериментально. Объемы образца и искусственной смеси должны быть одинаковыми.

7.2 Искусственную смесь, подготовленную по 6.4, хроматографируют последовательно три раза. Вычисляют площадь пика N-метилпирролидона и среднеарифметическое значение результатов.

Анализ искусственной смеси проводят перед каждым испытанием образца.

7.3 Испытуемый образец анализируют два раза, вычисляют площадь пика N-метилпирролидона. За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух измерений.

## 8 Обработка результатов

8.1 N-метилпирролидон в образце определяют при наличии пика N-метилпирролидона на хроматограмме испытуемого образца.

8.2 Сопоставляют площади пика N-метилпирролидона испытуемого образца с площадью пика N-метилпирролидона в искусственной смеси.

8.3 Если значение площади пика N-метилпирролидона в испытуемом образце меньше или равно значению площади пика N-метилпирролидона в искусственной смеси, считают, что в испытуемом образце отсутствует N-метилпирролидон.

УДК 665.761:547.745:543.544.33:006.354

МКС 75.080
75.100

Ключевые слова: базовые масла, метод определения N-метилпирролидона, газовая хроматография

Редактор *Д.А. Кожемяк*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 26.08.2019. Подписано в печать 25.10.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,55.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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