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
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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 (Росстандарт)

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

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

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 ссылки на следующие межгосударственные стандарты:
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 в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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-метилпирропидона 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.
Баня водяная.
Линейка измерительная с ценой деления 1 мм. Допускается обработка хроматограммы с помощью интегратора или персонального компьютера любого типа.

Издание официальное

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 *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 25.06.2015. Подписано в печать 20.07.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,55. Тираж 40 экз. Зак. 2510.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru