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
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударствен-ной 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 Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

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

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

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего межгосударственного стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5–2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры стандарта ASTM, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном 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, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет.

© Стандартинформ, 2014

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

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 хроматографией.

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 базовых 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

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

2.1 Стандарты ASTM1)

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)

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)

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

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)

2.2 Стандарт Европейского координационного совета

CEC L-40–93 Evaporation loss of lubricating oils (Noack evaporative tester) [Потери от испарения смазочных масел (испарительный аппарат Ноак)].2)

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:

3.2.1 **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.

3.2.2 **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.

3.2.3 **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).

3.2.4 **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).

3.2.5 **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.

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

3.3 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 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 детек-

---

2) 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

тора (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 могут. 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 х 10-11 г углерода/с.

6.1.3.4 Линейный диапазон – 106.

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 кипе-

ния 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 парафина 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	24	391	736
3	Минус 42	Минус 44	25	402	755
4	0	31	26	412	774
5	36	97	27	422	791
6	69	156	28	431	808
7	98	209	29	440	824
8	126	258	30	449	840
9	151	303	31	458	856
10	174	345	32	466	870
11	196	385	33	474	885
12	216	421	34	481	898
13	235	456	35	489	912
14	254	488	36	496	925
15	271	519	37	503	937
16	287	548	38	509	948
17	302	576	39	516	961
18	316	601	40	522	972
19	330	625	41	528	982
20	344	651	42	534	993
21	356	675	43	540	1004
22	369	696	44	545	1013
23	380	716	45	550	1022
46	556	1033	68	641	1186
47	561	1042	69	644	1191
48	566	1051	70	647	1197
49	570	1058	71	650	1202
50	575	1067	72	653	1207
51	579	1074	73	655	1211
52	584	1083	74	658	1216
53	588	1090	75	661	1222
54	592	1098	76	664	1227
55	506	1105	77	667	1233
56	600	1112	78	670	1238
57	604	1119	79	673	1243
58	608	1126	80	675	1247
59	612	1134	81	678	1252
60	615	1139	82	681	1258
61	619	1146	83	683	1261
62	622	1152	84	686	1267
63	625	1157	85	688	1270
64	629	1164	86	691	1276
65	632	1170	87	693	1279
66	635	1175	88	695	1283
67	638	1180	89	697	1287
90	700	1292	96	712	1314
91	702	1296	97	714	1317
92	704	1299	98	716	1321
93	706	1303	99	718	1324
94	708	1306	100	720	1328
95	710	1310			

Окончание таблицы 1

[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 °С. Это значение в таблице 1 округлено до 98 °С. При преобразовании значения 98,425 °С получают значение 209,165 °F, которое округляют до 209 °F. При преобразовании значения 98 °С 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)
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; 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 E1510.

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.

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

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

$$F_n = \frac{M_n A_{40}}{M_{40} A_n}, \quad (2)$$

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 испытании 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.

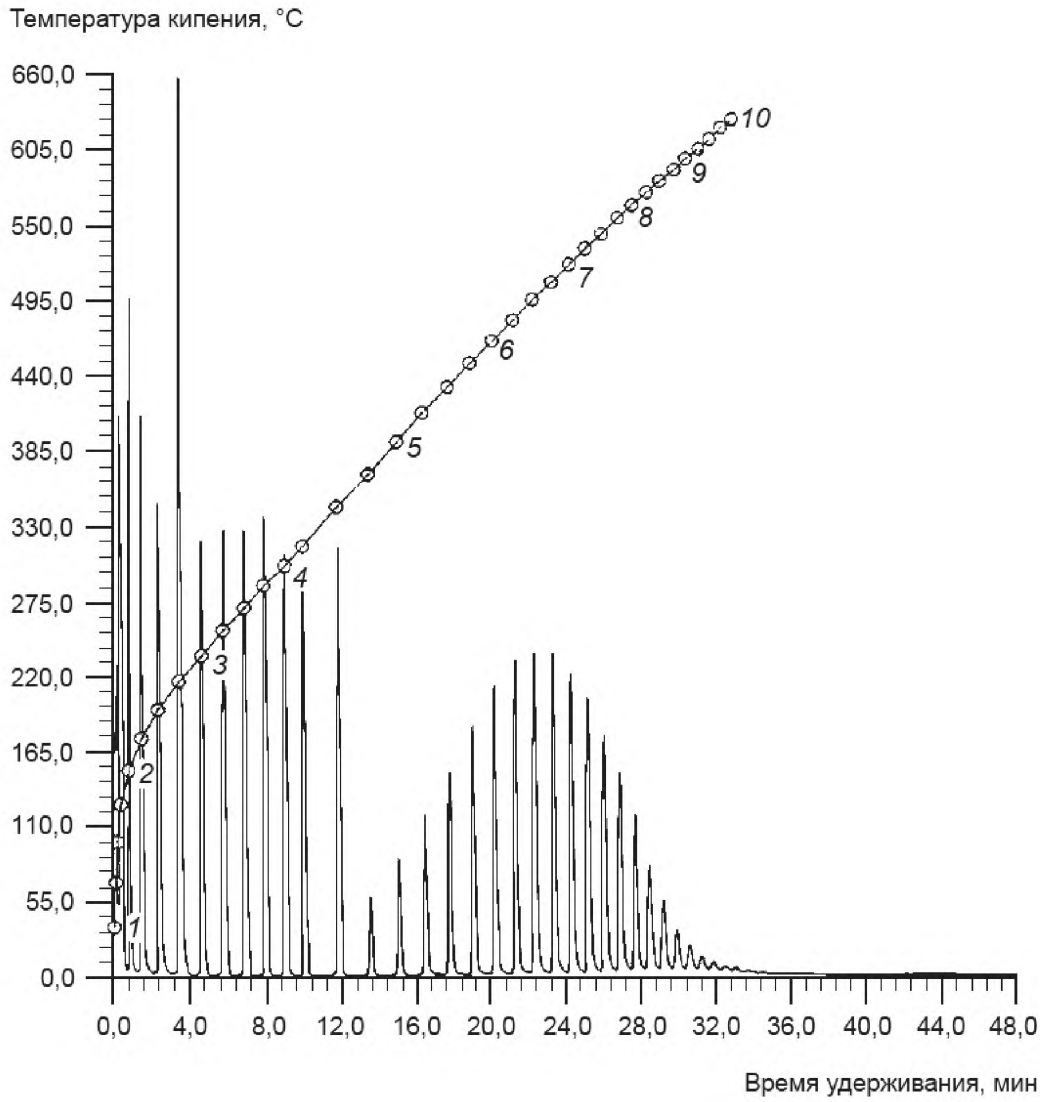
9.3 Холостой анализ растворителя

Поскольку не все компоненты, содержащиеся в пробе моторного масла, элюирует 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 (несоответствующих 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 температуры 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.

Т а б л и ц а 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
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.

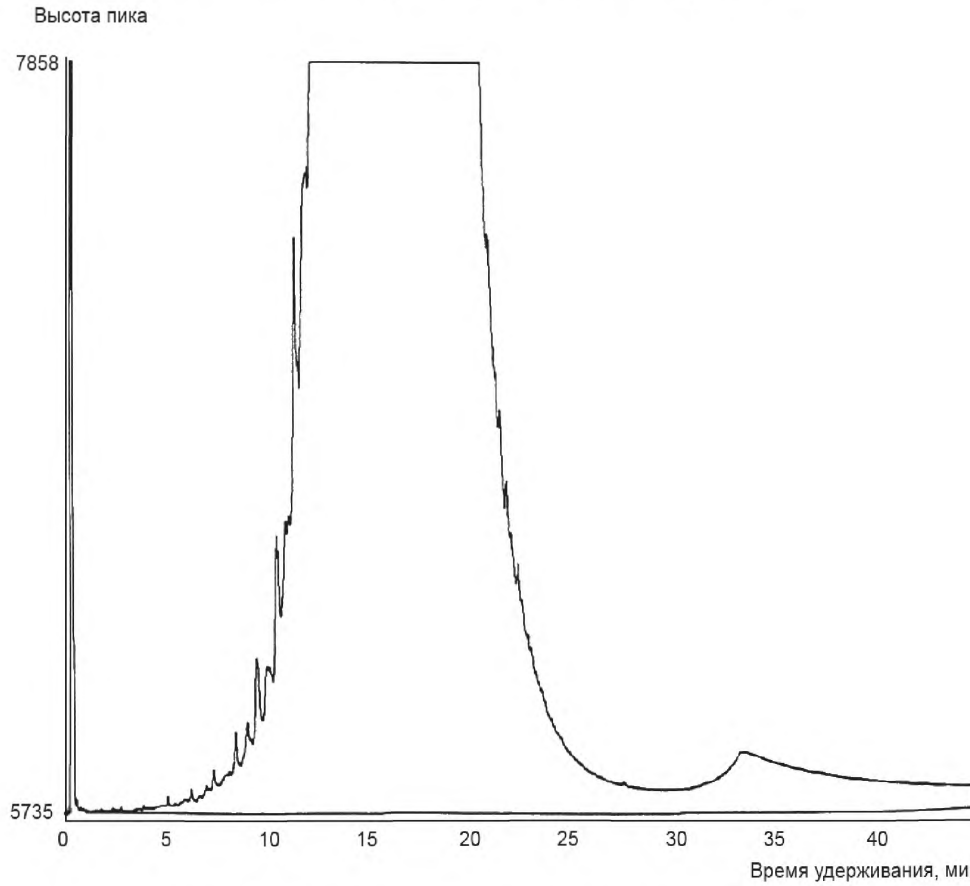


Рисунок 2 – Определение базовой линии образца моторного масла

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

ASTM D 2887.

10.3.1.1 Суммируют площади пиков от начала элюировании 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 °С (700 °F) (см. 10.1). В результате получают площадь пика пробы *B* до температуры 371 °С.

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 °С (см. пункт 10.1) с использованием горизонтальной базовой линии. В результате получают площадь пика *B* до температуры 371 °С

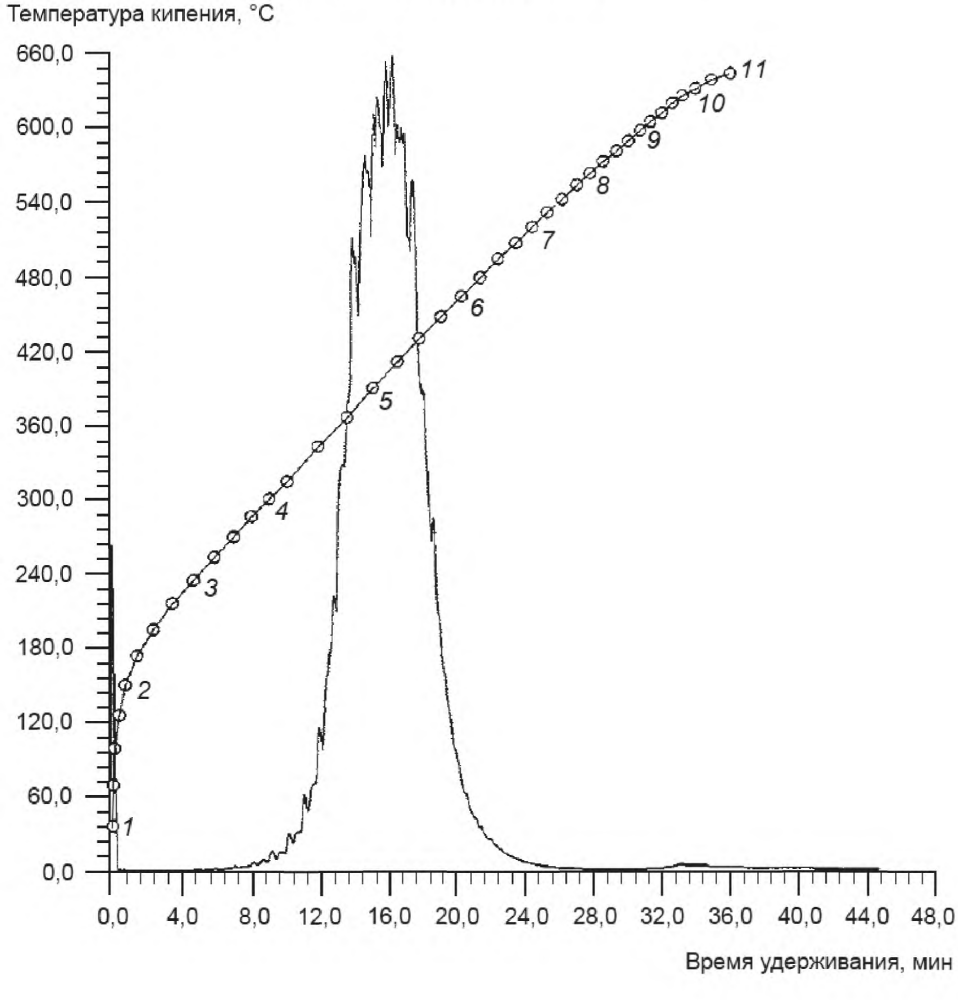
10.4 Вычисляют испаряемость моторного масла А, %, до температуры 371 °С по формуле

$$A = 100\frac{B}{C}, \quad (3)$$

где *B* – площадь пика моторного масла до температуры 371 °С;

C – общая площадь пика пробы моторного масла.

10.5 Регистрируют результат по площади масла, испарившегося до температуры 371 °С (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
Уровень начального сигнала: 5,738 мВ
Уровень конечного сигнала: 5,780 мВ
Файл калибровки: dds250
Дата калибровки: 06/19/96

От положения OFF (отключено) до 371,1 °С: 15.8 %

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[3])

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.

Т а б л и ц а 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.

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

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 °C (700 °F) определена только в терминах настоящего метода испытания.

Приложение ДА
(справочное)
Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 2887–08 Стандартный метод разделения нефтяных фракций по температурам кипения методом газовой хроматографии	–	*
ASTM D 4626–10 Стандартная практика вычисления газохроматографических коэффициентов отклика	–	*
ASTM D 5800–10 Стандартный метод определения потерь от испарения смазочных масел методом Ноак	IDT	ГОСТ 32330–2013 Масла смазочные. Определение потерь от испарения методом Ноак
ASTM E 355–07 Стандартная практика для терминов в газовой хроматографии и их взаимосвязь	–	*
ASTM E 594–11 Стандартная практика для проверки пламенно-ионизационных детекторов, используемых в газовой или высокоэффективной жидкостной хроматографии	–	*
ASTM E 1510–05 Стандартная практика для установки открытых кварцевых капиллярных колонок в газовых хроматографах	–	*
CEC L-40–93 Потери от испарения смазочных масел (испарительный аппарат Ноак)	–	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

IDT – идентичный стандарт.

УДК 665.7:543.241.5:006.354 МКС 75.100 IDT

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

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 2,79. Тираж 31 экз. 1738.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru