ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52532— 2006

МАСЛА БАЗОВЫЕ

Газохроматографический метод определения N-метилпирролидона

Издание официальное

БЗ 12—2005/385

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым Акционерным Обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИНП»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 марта 2006 г. № 29-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2006

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАСЛА БАЗОВЫЕ

Газохроматографический метод определения N-метилпирролидона

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

Дата введения — 2007—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения N-метилпирролидона в базовых маслах, не содержащих фенола.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована ссылка на следующий стандарт:

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочного стандарта в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный 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 и 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, позволяющие осуществлять взвешивание с точностью до 0,001 г.

Весы технические 3-го класса точности.

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.

Издание официальное

Газ-носитель — гелий.

Водород технический марки А.

Воздух из магистральной линии.

Ацетон, ч.

Хлороформ, х.ч.

н-гептан, х.ч.

N-метилпирролидон с концентрацией основного вещества не менее 99,80 % (по массе) и температурой кипения 202 °С.

Масло индустриальное И-20А или И-40А.

Калия гидроксид х.ч. или ч.д.а., раствор с концентрацией 5 % (по массе).

Спирт этиловый.

Вода дистиллированная, pH 5,4—6,6.

Бюретки вместимостью 25,50 $см^3$.

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 стандартом.

5 Отбор проб

Отбор проб проводится в соответствии с ГОСТ 2517.

6 Подготовка к испытанию

6.1 Подготовка хроматографа

Хроматограф подготавливают к работе и выводят на режим в соответствии с требованиями инструкции по монтажу и эксплуатации прибора.

6.2 Подготовка хроматографических колонок

Перед заполнением сорбентом хроматографические колонки промывают растворителями: хлороформом, ацетоном, этиловым спиртом, высушивают воздухом, вновь промывают 5 %-ным (по массе) раствором гидроксида калия (КОН) для исключения возможности адсорбции на стенках колонок N-метилпирролидона от предыдущих испытаний и вновь высушивают воздухом. После этого заполняют колонки сорбентом, устанавливают их для кондиционирования в термостат хроматографа, присоединив только к испарителю, и нагревают до 100 °С.

Кондиционирование колонок проводят 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. Колонки выдерживают 24 ч при температуре 250 °С. После охлаждения колонок до комнатной температуры устанавливают рабочий расход газа-носителя через обе колонки 30—35 $см^3$/мин и присоединяют их к детекторам.

6.3 Приготовление искусственной смеси

6.3.1 Индустриальное масло, используемое для приготовления искусственной смеси, проверяют на присутствие в нем N-метилпирролидона. Для этого масло хроматографируют в соответствии с 8.1. Если в месте элюирования N-метилпирролидона сигнал отсутствует, то масло может быть использовано для приготовления смеси.

6.3.2 N-метилпирролидон очищают, применяя разгонку с дефлегматором, и отбирают фракцию при температуре кипения N-метилпирролидона. Определяют в отгоне концентрацию основного вещества любым доступным методом.

6.3.3 Искусственную смесь получают гравиметрическим методом, вводя N-метилпирролидон в индустриальное масло. Содержание N-метилпирролидона в смеси должно быть не более 0,002 % (по массе) от массы масла.

Значение концентрации N-метилпирролидона в искусственной смеси C_0, % (по массе), рассчитывают по формуле

$$C_0 = \frac{A \cdot m}{M},$$

где A — концентрация основного вещества N-метилпирролидона (6.3.2), вводимого в смесь, % (по массе);

m — масса N-метилпирролидона, введенная в индустриальное масло, г;

M — общая масса смеси, г.

7 Подготовка к испытанию

7.1 Подготовка искусственной смеси

7.1.1 Искусственную смесь разогревают на водяной бане до температуры не более 70 °С и перемешивают в течение 5 мин. В пробирку для центрифуги 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.

7.1.2 Содержимое пробирки подогревают при температуре не более 70 °С в течение 5 мин, затем перемешивают в течение 1 мин. Помещают пробирку в центрифугу и проводят центрифугирование в течение 10 мин при скорости вращения 2500 мин$^{-1}$. После разделения фаз сливают верхний слой, а нижний слой — водную вытяжку — используют для хроматографирования.

7.2 Подготовку испытуемого образца проводят согласно 7.1.

8 Проведение испытания

8.1 Хроматографирование искусственной смеси и испытуемого образца проводят в следующих условиях:

Температура термостата, ° С, для

колонок · 215;

детектора · 240;

испарителя · 230.

Расход газов, см^3 /мин,

гелия · 30;

водорода · 30—35;

воздуха · 290—300.

Скорость движения диаграммной ленты, мм/мин, · · · · · · 60.

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

8.2. Искусственную смесь, подготовленную по 7.1, хроматографируют последовательно три раза. Рассчитывают площадь пика N-метилпирролидона и вычисляют среднеарифметическое значение результатов.

Анализ искусственной смеси проводят перед каждым испытанием образца.

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

9 Обработка результатов

9.1 Оценка наличия N-метилпирролидона в образце проводится при условии присутствия пика N-метилпирролидона на хроматограмме испытуемого образца.

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

9.3 Содержание N-метилпирролидона в испытуемом образце принимают за отсутствие, если значение площади пика N-метилпирролидона в испытуемом образце меньше или равно значению площади пика N-метилпирролидона в искусственной смеси.

УДК 621.892.097.2:006.354 ОКС 75.080
75.100 Б29 ОКСТУ 0209

Ключевые слова: базовые масла, метод, N-метилпирролидон, газовая хроматография

Редактор *О.В. Гелемеева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 17.03.2006. Подписано в печать 17.04.2006. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,45. Тираж 174 экз. Зак. 247. С 2702

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

gost.e-ecolog.ru