
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

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»

© Стандартиформ, 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

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 (www.easc.by) или 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 испытываемой 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.

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.

n-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, рН 5,4—6,6.

Бюретки вместимостью 25 и 50 см³.

Колбы мерные вместимостью 250 и 500 см³.

Стакан вместимостью 50 см³.

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 см³/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 см³/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 $(1,0 \pm 0,1)$ г с точностью до 0,001 г искусственной смеси (6.3), приливают из бюретки 1 см³ дистиллированной воды и 5 см³ *n*-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, см³/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 среднее арифметическое 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 среднее арифметическое 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 60×84¹/₈. 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.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

