ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КИСЛОТЫ ЖИРНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

ГОСТ 25219—87

Издание официальное

Госстандарт России
Научно-техническая
БИБЛИОТЕКА

БЗ 10—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.12.001.4:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КИСЛОТЫ ЖИРНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Методы определения фракционного состава газовой хроматографией

ГОСТ 25219—87

Synthetic fatty acids. Methods for determination of fractional composition by gas chromatorgaphy

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.88

Настоящий стандарт распространяется на синтетические жирные кислоты и устанавливает два метода определения фракционного состава синтетических жирных кислот с числом углеводородных атомов от C_3 до C_{28} газохроматографически с программированием температуры:

1) А — для кислот с числом атомов углерода от C_3 до C_{15}(в виде свободных кислот);

2) Б — для кислот с числом атомов углерода от C_6 до C_{28} (в виде их метиловых эфиров).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. МЕТОД А

1.1. Средства анализа

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором с программированием температуры (температура термостата колонок не ниже 200 °С).

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с детектором по теплопроводности с программированием температуры (температура термостата детектора не ниже 250 °С).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1987
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с изменениями

Колонка хроматографическая из нержавеющей стали длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.

Носители твердые с частицами размером от 0,16 до 0,20 мм или от 0,20 до 0,25 мм:

1) хроматон N—AW;
2) сферохром-2;
3) хезасорб — AW;
4) динохром — Н;
5) хромосорб Р.

Фазы неподвижные:

1) полиэтиленгликольадипат;
2) полиэтиленгликольсебацинат;
3) диэтиленгликольсукцинат;
4) полиэтиленгликольсукцинат.

Микроскоп отсчетный типа МПБ-2:

лупа измерительная по ГОСТ 25706 или другие оптические приборы с ценой деления 0,1 мм;

линейка по ГОСТ 17435;

Интегратор электронный.

Весы лабораторные общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г или аналогичного типа. Весы типа ВЛР-200 г применяют для взвешивания с точностью до четвертого десятичного знака (компоненты искусственных смесей), а весы типов ВЛКТ-500 г-М и ВЛЭ-200 г — до второго десятичного знака (неподвижная фаза и твердый носитель для приготовления сорбента):

Баня водяная.

Печь муфельная с температурой нагрева не ниже 300 °С.

Шкаф сушильный лабораторный.

Колба Кн-1—50—19/26 ТС, стакан Н-2—250 ТС по ГОСТ 25336.

Чашка выпарительная 5, шпатель 1 по ГОСТ 9147.

Цилиндр 100 на 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Микрошприц МШ-10, по ТУ 2.833.160, газохром 101.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, ч. д. а.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или фармакопейный.

Кислоты индивидуальные от C_3 до C_{14}, чистотой не менее 98 %.

Водород технический марки А по ГОСТ 3022 или электролизный от генератора водорода типа СГС-2.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Газы-носители: азот газообразный по ГОСТ 9293, сорт высший, сжатый гелий (для работы детектора по теплопроводности)

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Подготовка к анализу

1.2.1. Пробы отбирают по ГОСТ 2517.

1.2.2. *Подготовка твердого носителя*

Взвешивают около 20 $см^3$ твердого носителя с погрешностью не более 0,02 г и помещают его в выпарительную чашку. Ортофосфорную кислоту в количестве 10 % от массы твердого носителя растворяют в 30 $см^3$ этилового спирта и приливают раствор в чашку с носителем. Затем на подогретой до 80—90 °С водяной бане выпаривают этиловый спирт при постоянном перемешивании смеси. Обработанный носитель помещают в муфельную печь при температуре 240 °С на 3 ч.

1.2.3. *Приготовление сорбента*

Жидкую фазу в количестве 15 % от массы твердого носителя, приготовленного по п. 1.2.2, растворяют в 40 $см^3$ хлороформа, переносят в выпарительную чашку с твердым носителем и при перемешивании выпаривают на водяной бане при температуре воды от 70 до 80 °С.

На хроматон N—AW наносят 10 % жидкой фазы.

Затем сорбент сушат в сушильном шкафу при температуре (80±5) °С. Подготовленным сорбентом заполняют колонку и стабилизируют ее в термостате хроматографа без подключения к детектору при расходе газа-носителя от 50 до 60 $см^3$/мин и многократном программировании температуры от 100 до 200 °С со скоростью 8—10 °С/мин в течение 20—25 ч. После стабилизации колонку соединяют с детектором. Работу на хроматографе проводят по прилагаемой к нему инструкции.

1.2.2, 1.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.3. Проведение анализа

1.3.1. Режим работы газового хроматографа:

Объем пробы, $мм^3$, не более	2,0
Расход газа-носителя, $см^3$/мин	50—60
Скорость программирования температуры, °С/мин	6—8
Температура испарителя, °С	200—250
Температура детектора, °С	200—250
Температура колонки, °С:	
начальная	100—110
конечная	195—200

Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч . . . . . 200—240
Время элюирования кислот из колонки, мин . . . . . 20—30
Нижний предел обнаружения компонентов, %. 0,1

Другие параметры газохроматографического анализа (ток моста детектора, расходы водорода и воздуха и т. д.) выбирают по инструкции к прибору. Внутреннюю поверхность испарителя хроматографа периодически по мере загрязнения очищают с помощью жгута, смоченного этиловым спиртом. Для жгута используют ткань из неокрашенного натурального шелка. После очистки жгутом испаритель промывают несколько раз этиловым спиртом. Для промывки внутренней поверхности испарителя необходимо от 20 до 25 $см^3$ этилового спирта. Признаками загрязнения испарителя являются подъем нулевой линии и появление пиков неизвестных веществ на «холостой» программе до 200 °С.

1.3.2. *Идентификация хроматографических пиков*

Синтетические жирные кислоты фракций C_5—C_6, C_5—C_9, C_7—C_9 микрошприцем вводят в хроматографическую колонку. Предел измерения тока выбирают так, чтобы максимальная высота пиков пробы кислот была не менее $^2/_3$ ширины диаграммной ленты. Хроматограмма промышленной фракции кислот C_5—C_9 приведена в приложении 1 (черт 1).

Идентификацию пиков кислот на хроматограмме проводят добавлением в анализируемую смесь индивидуальной кислоты — метки, содержащейся в пробе. Хроматограмма без добавки применяется для расчета состава кислот.

1.3.3. *Градуировка хроматографа*

1.3.3.1. Для градуировки хроматографа готовят пять-шесть искусственных смесей индивидуальных кислот состава, близкого к производственным кислотам фракций C_5—C_6, C_5—C_9, C_7—C_9. Для приготовления искусственных смесей применяют индивидуальные кислоты чистотой от 98 до 100 %. Результат взвешивания навесок кислот в граммах записывают с погрешностью не более 0,0002 г.

1.3.3.2. Относительный градуировочный коэффициент (K_i) для каждого компонента анализируемой смеси вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{S_{эт} \cdot C_i}{S_i \cdot C_{эт}},$$

где S_i, $S_{эт}$ — площади пиков i-го компонента и вещества-эталона на хроматограмме искусственных смесей, $мм^2$;

C_i, $C_{эт}$ — массовая доля i-го компонента и вещества-эталона в искусственной смеси кислот, %;

В качестве веществ-эталонов для фракций используют кислоты: для C_5—C_6 — капроновую, для C_5—C_9 —энантовую, для C_7—C_9 — каприловую, для C_9_C_{10} —каприновую.

Площади пиков вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot b_i \cdot m_i,$$

где S_i — площадь пика i-го компонента, мм^2;

h_i — высота пика i-го компонента, мм;

b_i — ширина пика на середине высоты i-го компонента, мм;

m_i — множитель предела измерения тока.

Площадь пиков измеряют с помощью электронного интегратора или умножением высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Высоту пика измеряют линейкой с погрешностью до 0,5 мм, ширину — с помощью микроскопа или лупы с погрешностью 0,1 мм. За градуировочный коэффициент для каждого компонента принимают среднее арифметическое результатов анализа пяти-шести искусственных смесей с различным содержанием компонентов в смеси, но близких к реальным. Средний градуировочный коэффициент каждого компонента для одной смеси вычисляют по данным не менее четырех-пяти хроматограмм.

1.3.3.3. Ориентировочные значения градуировочных коэффициентов приведены в приложении 2.

1.3.3.4. При отсутствии индивидуальных соединений для кислот C_4—C_{11} градуировочные коэффициенты (K_i) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{M_i (n_{эт} - 1)}{M_{эт} (n_i - 1)},$$

где M_i, $M_{эт}$ — молекулярные массы i-го компонента и вещества-эталона;

n_i, $n_{эт}$ — число атомов углерода в молекулах i-го компонента и вещества-эталона.

1.3.3.1—1.3.3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.3.3.5. Повторное определение градуировочных коэффициентов кислот для каждого типа детектора необходимо проводить после замены колонки и периодически один раз в квартал.

1.3.4. *Обработка результатов*

Состав кислот по хроматограмме определяют методом внутренней

нормализации с введением градуировочных коэффициентов. Массовую долю компонентов в смеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot 100}{\sum_{i=1}^{n} S_i K_i},$$

где K_i — градуировочный коэффициент i-го компонента;

S_i — площадь пика i-го компонента, мм^2;

n — число компонентов смеси.

Массовую долю компонентов вычисляют с точностью до 0,1 %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

1.4. Точность метода

1.4.1. Сходимость. Два результата анализа, полученные одним исполнителем, признаются достоверными при доверительной вероятности $P = 0,95$, если расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл. 1.

1.4.2. Воспроизводимость. Два результата анализа, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными при доверительной вероятности $P = 0,95$, если расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля i-компонента в смеси, %	Сходимость, %	Воспроизводимость, %
До 1,0 включ.	0,2	0,3
Св. 1,0 » 5,0 »	0,5	1,0
» 5,0 » 10,0 »	1,0	2,0
» 10,0	1,5	2,5

1.4.1, 1.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

При определении фракционного состава жирных кислот учитывают все гомологи, массовая доля которых превышает 0,2 %.

2. МЕТОД Б

2.1. Средства анализа

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором с программированием температуры (температура термостата колонок не ниже 300 °С).

Хроматограф аналитический газовый лабораторный с детектором по теплопроводности с программированием температуры (температура термостата детектора не ниже 300 °С);

Колонка газохроматографическая из нержавеющей стали длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.

Носители твердые:

1) динохром — П с частицами размером от 0,250 до 0,315 мм;

2) хроматон N—AW с частицами размером от 0,20 до 0,25 мм или от 0,16 до 0,20 мм;

3) хроматон N—AW, силанизированный диметилхлорсиланом с частицами размером от 0,20 до 0,25 мм или от 0,16 до 0,20 мм.

4) хромосорб W-AW или хромосорб W-AW-DMCS с частицами размером 0,18—0,25 мм (соответствует 60—80 меш).

Фазы неподвижные:

метилсиликоны типа СКТ, OV-1, SE-30 или аналогичные полидиметилсилоксановые масла или эластомеры с рабочей температурой не менее 300 °С в количестве 5 % от массы твердого носителя.

Весы лабораторные общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г или аналогичного типа. Весы типа ВЛР-200 г применяют для взвешивания с точностью до четвертого десятичного знака (компоненты искусственных смесей), а весы типов ВЛКТ-500 г-М и ВЛЭ-200 г — до второго десятичного знака (неподвижная фаза и твердый носитель — для приготовления сорбента).

Баня водяная.

Баня песчаная или масляная.

Воронка ВД-1—100 ХС и ВК-100 ХС, стакан Н-1—250 ТС, холодильник ХШ-1—400—29/32 ХС и ХПТ-1—400—29/32 ТС; склянка СПЖ-250, колбы Кн-1—250—29/32 ТС и КГУ-3—2—250—34 ТСХ по ГОСТ 25336.

Микрошприц МШ-10 по ТУ 2.833.106, газохром-101.

Линейка по ГОСТ 17435.

Интегратор электронный.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706 или другие оптические приборы с ценой деления 0,1 мм.

Микроскоп отсчетный типа МПБ-2.

Чашка выпарительная 5 по ГОСТ 9147.

Шпатель двойной 1 по ГОСТ 9147.

Цилиндр 2—50 по ГОСТ 1770.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или фармакопейный.

Эфир диэтиловый медицинский.

Толуол по ГОСТ 5789 или по ГОСТ 14710.

Метанол-яд по ГОСТ 6995, х. ч., ч. д. а., или по ГОСТ 2222.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрий сернокислый технический по ГОСТ 6318 или натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, прокаленный.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а.

Набор индивидуальных кислот от C_6 до C_{26} чистотой не ниже 98 %.

Гидразин-гидрат технический по ГОСТ 19503.

Кальция хлорид обезвоженный по ТУ 6—09—4711.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Спирты первичные C_{12} и C_{16}, чистотой не менее 98 %.

Гексан по ТУ 6—09—3375.

Шкаф сушильный лабораторный.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Водород по ГОСТ 3022 марки А или электролизный от генератора СГС-2.

Газ-носитель — азот газообразный по ГОСТ 9293, высший сорт.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Приготовление сорбента*

В колбу вместимостью 250 $см^3$, охлаждаемую льдом, снабженную холодильником, капельной воронкой и газопроводящей трубкой помещают 5 г гидроокиси калия и 2 $см^3$ смеси гидразин-гидрата и метилового спирта в соотношении 1:1. Из капельной воронки осторожно со скоростью 1 $см^3$/мин прибавляют 2 $см^3$ хлороформа.

Диазометан вытесняют воздухом, предварительно осушенным серной кислотой, в цилиндр по 100 $см^3$ диэтилового эфира.

Раствор диазометана в эфире применяют для метилирования синтетических жирных кислот. Раствор можно хранить в плотно закрытой колбе при температуре (5±3) °С в холодильнике не более 2 дней.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. *Этерификация синтетических жирных кислот*

2.2.2.1. Этерификация синтетических жирных кислот диазометаном.

В колбу вместимостью 250 $см^3$, охлаждаемую льдом, снабженную холодильником, капельной воронкой и газопроводящей трубкой, помещают 5 г гидроокиси калия и 2 $см^3$ смеси гидразин-гидрата и метилового спирта в соотношении 1 : 1. Из капельной воронки осторожно со скоростью 1 $см^3$/мин прибавляют 2 $см^3$ хлороформа.

Диазометан вытесняют воздухом, предварительно осушенным серной кислотой, в цилиндр со 100 $см^3$ диэтилового эфира.

Раствор диазометана в эфире применяют для метилирования синтетических жирных кислот. Раствор можно хранить в плотно закрытой колбе при температуре (5±3) °С в холодильнике не более 2 дней.

20—40 мг кислот помещают в цилиндр вместимостью 50 $см^3$ и растворяют в небольшом количестве диэтилового эфира; синтетические жирные кислоты фракции C_{17}—C_{20} предварительно подогревают.

Затем в цилиндр приливают 20—25 $см^3$ раствора диазометана. Реакция метилирования кислот проходит с выделением мелких пузырьков газа. Желто-зеленая окраска должна сохраняться после окончания выделения пузырьков газа в течение 5—10 мин. После этого диэтиловый эфир выпаривают, помещая цилиндр в воду с температурой (40±5) °С. Подготовка и проведение этерификации должны проводиться в вытяжном шкафу.

2.2.2.2. Этерификация синтетических жирных кислот метанолом в присутствии хлористого водорода.

Получение метанольного раствора хлористого водорода

В колбу с двумя горловинами, снабженную капельной воронкой, помещают 50 г предварительно обезвоженного хлористого натрия, смачивают соляной кислотой и прибавляют по каплям из делительной воронки концентрированную серную кислоту так, чтобы за 20 мин было израсходовано 20 $см^3$ серной кислоты.

Образующийся газообразный хлористый водород через промывную склянку, наполненную концентрированной серной кислотой, и капилляр вводят в колбу с двумя горловинами, в которую помещено 100 $см^3$ метанола. Насыщение метанола хлористым водородом про-

водят до увеличения первоначальной массы на 10 %. Для получения большого количества реактива дозировку реагентов соответственно пропорционально увеличивают. Полученный реактив хранят несколько месяцев в плотно закрытой стеклянной таре.

Получение метиловых эфиров синтетических жирных кислот

В термостойкую круглодонную колбу с обратным холодильником помещают около 5 г синтетических жирных кислот и 25 $см^3$ метанольного раствора хлористого водорода.

Содержимое колбы кипятят 20 мин на песчаной или масляной бане с холодильником, а затем переносят полученные метиловые эфиры в делительную воронку.

Метиловые эфиры промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому, затем растворяют их в гексане в соотношении 1 : 1 и сушат фильтрованием через слой прокаленного сернокислого натрия или обезвоженного хлорида кальция. Осушитель промывают 2—3 $см^3$ гексана, затем проверяют кислотное число эфиров, которое не должно превышать 5 мг КОН/г. Глубина превращения кислот в метиловые эфиры около 98 %.

Для более полного извлечения метиловых эфиров из осушителя его промывают 2—3 $см^3$ гексана, затем проверяют кислотное число эфиров по ГОСТ 22386, которое не должно превышать 5 мг КОН/г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Режим работы газового хроматографа:

Температура колонки, °С:	
начальная	80—100
конечная	280
Скорость программирования температуры, °С/мин	6—8
Температура испарителя, °С	300—350
Температура детектора, °С	300—350
Объем пробы при оптимальном соотношении водорода и воздуха, $мм^3$:	
для кислот фракций C_{10}—C_{13}, C_{10}—C_{16} и C_{12}—C_{16}, не более	1,5
для раствора кислот фракции C_{17}—C_{20} и выше	3,0
Расход газа-носителя, $см^3$/мин	40—50
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	600
Время элюирования пробы метиловых эфиров жирных кислот из колонки, мин	30—40
Предел обнаружения компонентов, %	0,1

Внутреннюю поверхность испарителя хроматографа периодически по мере загрязнения очищают с помощью жгута, смоченного этиловым спиртом. Для жгута используют ткань из неокрашенного натурального шелка. После очистки испарителя его несколько раз промывают этиловым спиртом. Для всей промывки внутренней поверхности испарителя необходимо 20—25 $см^3$ этилового спирта.

Признаками загрязнения испарителя является подъем нулевой линии и появление пиков неизвестных веществ на «холостой» программе до 280°С.

2.3.2. *Идентификация пиков метиловых эфиров*

Метиловые эфиры синтетических жирных кислот фракции C_{17}—C_{20}, C_{26}—C_{28}, растворенные в гексане в соотношении 1 : 1, вводят микрошприцем в хроматографическую колонку. Метиловые эфиры кислот фракции C_{10}—C_{13}, C_{10}—C_{16} вводят без растворителя. Предел измерения тока выбирают так, чтобы максимальная высота пиков пробы метиловых эфиров кислот была не менее $^2/_3$ ширины диаграммной ленты. Идентификацию пиков метиловых эфиров синтетических жирных кислот на хроматограмме проводят путем добавления в смесь метиловых эфиров кислот индивидуального первичного спирта. В метиловые эфиры синтетических жирных кислот фракции C_{10}—C_{13} и C_{10}—C_{16} добавляют первичный лауриловый спирт (C_{12}), а во фракцию C_{17}—C_{20} — цетиловый спирт (C_{16}). Первичный спирт C_n выходит на хроматограмме между пиками метиловых эфиров кислот C_{n-1} и C_n, ближе к C_n. Хроматограммы метиловых эфиров промышленных кислот фракций C_{10}—C_{16} и C_{17}—C_{20} приведены в справочном приложении 1 (черт. 2, 3). Шприц промывают диэтиловым эфиром.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.3. *Градуировка хроматографа*

2.3.3.1. Для определения градуировочных коэффициентов хроматографируют ряд искусственных смесей метиловых эфиров кислот, по составу близких к анализируемым кислотам фракций C_{10}—C_{13}, C_{10}—C_{16} и C_{17}—C_{20}.

Для приготовления искусственных смесей необходимо применять метиловые эфиры индивидуальных кислот чистотой не менее 98 %.

Результат взвешивания метиловых эфиров кислот в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. В качестве вещества-эталона с градуировочным коэффициентом, равным 1, используют метиловый эфир пальмитиновой кислоты.

2.3.3.2. Относительный градуировочный коэффициент (K_i) для каждого компонента анализируемой смеси вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{S_{эт} \cdot C_i}{S_i \cdot C_{эт}},$$

где S_i, $S_{эт}$ — площади пиков соответственно i-го компонента и вещества эталона, мм^2;

C_i, $C_{эт}$ — массовая доля в искусственной смеси i-го компонента и вещества-эталона, %.

2.3.3.3. Площади пиков вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot b_i \cdot m_i,$$

где h_i — высота пика i-го компонента, мм;

b_i — ширина пика на середине высоты i-го компонента, мм;

m_i — множитель предела измерения тока.

Площадь пиков измеряется электронным интегратором или умножением высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Высоту пика измеряют линейкой с погрешностью до 0,5 мм, ширину с помощью микроскопа или лупы с погрешностью до 0,1 мм. Для кислот фракций C_{17}—C_{20}, содержащих в качестве примесей бифункциональные кислоты, на хроматограмме наблюдается неполное разделение пиков и подъем нулевой линии. Нулевую линию проводят как касательную к точкам начала и конца хроматограммы, как показано в приложении 1 на черт. 3.

Высота пика i-го компонента равна длине перпендикуляра, опущенного из вершины пика до скорректированной нулевой линии, ширина пика равна величине отрезка, проведенного через точку на середине высоты параллельно наклонной нулевой линии (черт. 3).

Если середина высоты находится ниже основания пика, то перпендикуляры отпускают из точек минимума между пиками и ширину пика определяют на середине высоты.

2.3.3.1—2.3.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.3.4. За градуировочный коэффициент для каждого компонента принимают среднее арифметическое результатов анализа пяти-шести искусственных смесей.

Допустимые расхождения между калибровочными коэффициентами не должны превышать 5 % относительно средней величины.

2.3.3.5. Средние значения градуировочных коэффициентов корректируют с помощью линейной зависимости $\frac{M_i}{K_i}$ от n_i, где M_i — молекулярная масса i-го метилового эфира; K_i — градуировочный коэффициент i-го метилового эфира; n_i — число атомов углерода i-го метилового эфира.

С помощью этой зависимости можно вычислить из графика градуировочные коэффициенты для некоторых метиловых эфиров кислот, отсутствующих у экспериментатора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

Состав кислот по хроматограмме определяют методом внутренней нормализации с введением градуировочных коэффициентов.

Массовую долю компонентов в смеси (X_i) в процентах вычисляют про формуле

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot 100}{\sum_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i},$$

где K_i — градуировочный коэффициент i-го компонента;

S_i — площадь пика i-го компонента, мм^2;

n — число компонентов в смеси.

Массовую долю компонентов вычисляют с точностью до 0,1 %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2.5. Точность метода

2.5.1. Сходимость. Два результата определений, полученные одним исполнителем, признаются достоверными при доверительной вероятности $P = 0{,}95$, если расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл. 2.

2.5.2. Воспроизводимость. Два результата анализа, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными при доверительной вероятности $P = 0{,}95$, если расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

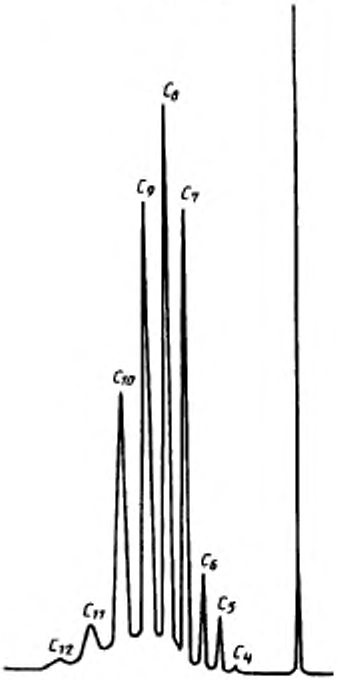
Массовая доля i-го компонента в смеси, %	Сходимость, %	Воспроизводимость, %
До 0,5 включ.	0,1	0,3
Св. 0,5 » 1,0 »	0,2	0,4
» 1,0 » 3,0 »	0,6	1,1
» 3,0 » 5,0 »	0,8	1,6
» 5,0 » 10,0 »	1,0	2,1
» 10	1,4	2,2

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

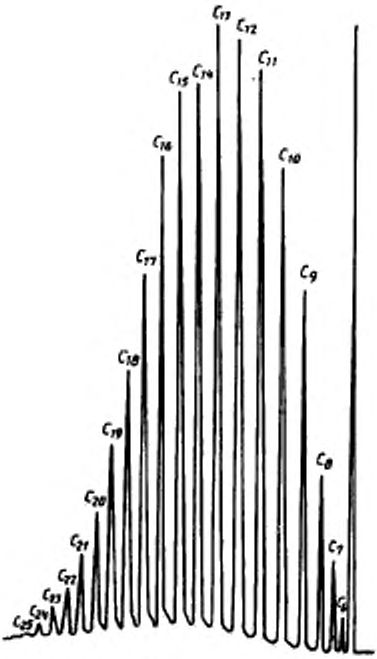
ХРОМАТОГРАММЫ ПРОМЫШЛЕННЫХ ФРАКЦИЙ КИСЛОТ

Хроматограмма промышленных кислот фракции C_5—C_9, полученная на хроматографе «Цвет-100» с пламенно-ионизационным детектором на колонке с диэтиленгликольсукцинатом на хроматоне N—AW. Температура колонки изменялась от 100 до 200 °С.



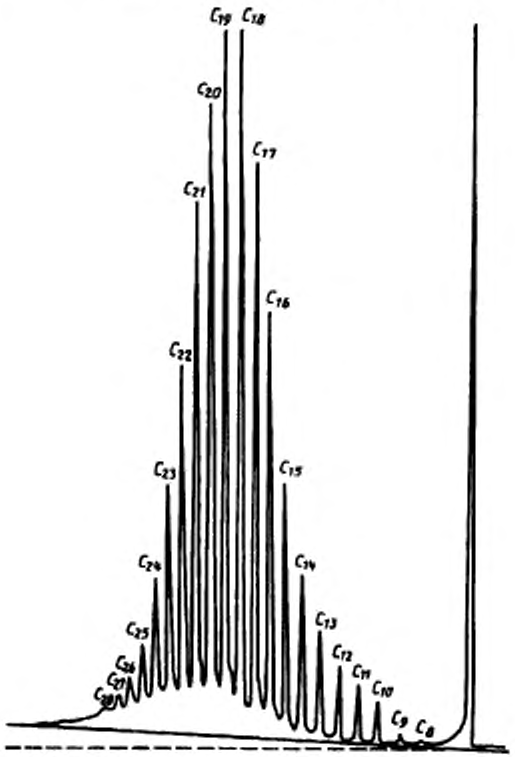
Черт. 1

Хроматограмма метиловых эфиров кислот фракции C_{10}—C_{16}, полученная на хроматографе «Цвет-100» с пламенно-ионизационным детектором на колонке длиной 2 м и 5 % SE-30 на хроматоне N—AW—ДМСS



Черт. 2

Хроматограмма метиловых эфиров кислот фракции C_{17}—C_{20}. Условия те же, что на черт. 2.



Черт. 3

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

ОРИЕНТИРОВОЧНЫЕ ЗНАЧЕНИЯ ГРАДУИРОВОЧНЫХ КОЭФФИЦИЕНТОВ МЕТИЛОВЫХ ЭФИРОВ КИСЛОТ

Число атомов углерода в молекуле кислоты	Градуировочный коэффициент	Интервал концентраций, % масс
1. Измерение площадей компонентов с помощью электронного интегратора		
C_6	1,76	0,43—0,73
C_7	1,42	0,72—1,15
C_8	1,21	1,07—1,42
C_9	1,12	1,45—2,09
C_{10}	1,06	1,98—2,95
C_{11}	1,05	3,72—4,55
C_{12}	1,03	5,92—6,13
C_{13}	1,02	7,66—7,97
C_{14}	1,01	9,03—9,58
C_{15}	1,0	10,20—10,65
C_{16}	1,0 (вещество-эталон)	11,27—12,71
C_{17}	1,03	10,70—11,66
C_{18}	1,06	9,45—10,00
C_{19}	1,09	5,47—8,41
C_{20}	1,11	3,53—9,91
C_{21}	1,14	3,20—3,40
C_{22}	1,16	3,01—3,63
C_{23}	1,19	1,87—2,42
C_{24}	1,21	0,95—2,12
C_{25}	1,23	0,91—1,77
C_{26}	1,26	0,53—1,06
2. Измерение площадей пиков вручную (планиметрированием)		
C_6	1,94	0,43—0,73
C_7	1,62	0,72—1,15
C_8	1,44	1,07—1,42
C_9	1,30	1,45—2,09
C_{10}	1,21	1,98—2,95
C_{11}	1,15	3,72—4,55
C_{12}	1,09	5,92—6,13
C_{13}	1,05	7,66—7,97
C_{14}	1,03	9,03—9,58
C_{15}	1,01	10,20—10,65

Продолжение

Число атомов углерода в молекуле кислоты	Градуировочный коэффициент	Интервал концентраций, % масс
C_{16}	1,0 (вещество-эталон)	11,27—12,71
C_{17}	1,02	10,70—11,66
C_{18}	1,04	9,45—10,00
C_{19}	1,05	5,47—8,41
C_{20}	1,08	3,53—9,91
C_{21}	1,10	3,20—3,40
C_{22}	1,15	3,01—3,63
C_{23}	1,17	1,87—2,42
C_{24}	1,20	0,95—2,12
C_{25}	1,23	0,91—1,77
C_{26}	1,25	0,53—1,06

Примечание. Условия, в которых получены градуировочные коэффициенты: хроматограф «Цвет-100», колонка из нержавеющей стали длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм, заполненная сорбентом: 5 % SE = 30 на хроматоне N-AW-DWCS (0,16—0,20) мм.

Режим работы термостата колонки: программирование температуры колонки от 90 до 280 °С; скорость программирования температуры — 6 °С/мин. Электронный интегратор фирмы «Perkin Elmer», чувствительностью 32.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР**
   РАЗРАБОТЧИКИ
   В.И. Бавика, канд. техн. наук; **Л.В. Макарова** (руководитель темы); **В.Н. Иванов**, канд. хим. наук; **П.Р. Ничикова**; **С.Е. Перова**
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета по стандартам от 30.06.87 № 2909**
3. **ВЗАМЕН ГОСТ 25219—82**
4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1.1, 2.1	ГОСТ 6995—77	2.1
ГОСТ 2222—78	2.1	ГОСТ 9147—80	1.1, 2.1
ГОСТ 2517—85	1.2	ГОСТ 9293—74	1.1, 2.1
ГОСТ 3022—80	1.1, 2.1	ГОСТ 14710—78	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 17435—72	1.1, 2.1
ГОСТ 4166—76	2.1	ГОСТ 18300—72	1.1
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 19503—74	2.1
ГОСТ 4233—77	2.1	ГОСТ 20015—88	1.1, 2.1
ГОСТ 4919.1—77	2.1	ГОСТ 22386—77	2.1
ГОСТ 5789—78	1.1, 2.1	ГОСТ 24363—80	2.2.2.2
ГОСТ 6318—77	2.1	ГОСТ 25336—82	1.1, 2.1
ГОСТ 6552—80	1.1	ГОСТ 25706—83	1.1, 2.1
ГОСТ 6709—72	2.1		

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 20.05.92 № 496**
6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1996 г.) с Изменением № 1, утвержденным в мае 1992 г. (ИУС 8—92)**

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95 Сдано в набор 18.02.97. Подписано в печать 05.03.97.
Усл. печ. л. 1,16. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 193 экз. С250. Зак. 188.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru