ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56340— 2015

ЖИДКОСТИ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Определение воды кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 февраля 2015 г. № 67-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Е 1064—12 «Стандартный метод определения воды в органических жидкостях кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру» (ASTM E 1064—12 «Standard test method for water in organic liquids by coulometric Karl Fischer titration», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им национальные стандарты и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2015, 2019

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

ЖИДКОСТИ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Определение воды кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру

Organic liquids.
Determination of water by coulometric Karl Fischer titration

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения воды от 0 % масс. до 2,0 % масс. в большинстве жидких органических химических продуктов автоматическим кулонометрическим титрованием с использованием реактива Карла Фишера. Настоящий стандарт не распространяется на сжиженные углеводородные газы (СУГ), пропан, бутан, сжиженный природный газ (СПГ) и т. д.

1.2 Значения в единицах СИ считаются стандартными.

1.3 Подробная информация о токсичности, правилах обращения и технике безопасности, оказании первой помощи приведена в паспортах безопасности на материалы.

1.4 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Подробное описание опасного воздействия приведено в разделе 8.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

2.1 Стандарты АСТМ[1)]

ASTM D 1193, Specification for reagent water (АСТМ Д 1193 Спецификация на реактив воду)

ASTM D 4672, Test method for polyurethane raw materials: determination of water content of polyols (АСТМ Д 4672 Метод испытаний сырья для полиуретановых материалов. Определение содержания воды в полиолах)

ASTM E 180[2)], Practice for determining the precision of ASTM methods for analysis and testing of industrial and specialty chemicals (АСТМ Е 180 Практика определения прецизионности методов анализа и испытаний АСТМ промышленных продуктов и продуктов тонкого органического синтеза)

ASTM E 203, Test method for water using volumetric Karl Fischer titration (АСТМ Е 203 Метод определения воды с использованием волюметрического титрования по Карлу Фишеру)

3 Сущность метода

3.1 Метод определения воды по настоящему стандарту основан на реакции Карла Фишера — восстановлении йода диоксидом серы в присутствии воды с образованием триоксида серы и

[1)] Уточнить ссылки на стандарты АСТМ можно на сайте АСТМ gost.e-ecolog.ru ужбе поддержки клиентов АСТМ: gost.e-ecolog.ru ıформационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к своду стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

[2)] Отменен в 2009 г.

Издание официальное

йодисто-водородной кислоты. Реакция становится количественной только в присутствии пиридина или другого органического основания и метанола или другого спирта. В отличие от реактивов Карла Фишера для волюметрического титрования, содержащих йод, в методе кулонометрического титрования йод генерируется электролитически. В соответствии с законом Фарадея 1 мг воды генерирует 10,71 Кл электрического тока.

4 Назначение и применение

4.1 Кулонометрический метод используют для определения низких концентраций воды в органических жидкостях, которые дают небольшие титры при волюметрическом титровании по Карлу Фишеру (далее — KF). Прецизионность кулонометрического метода титрования ухудшается при содержании воды, значительно превышающем 2,0 %, из-за трудностей в измерении небольшого объема пробы. Настоящий метод испытания предполагает 100 % КПД использования электричества при образовании йода. Предусматривается проверка эффективности метода (см. таблицу 1 и примечание 6).

Таблица 1 — Определение объема пробы

Предполагаемое содержание воды	**Объем пробы**, $см^3$
От 0 до 500 мг/кг включ.	5
Св. 500 до 1000 мг/кг включ.	2
Св. 1000 до 2000 мг/кг включ.	1
От 0,2 % масс. до 0,5 % масс. включ.	0,5
Св. 0,5 % масс. до 2,0 % масс. включ.	0,1

5 Мешающие факторы

5.1 Определению воды кулонометрическим методом мешают такие же вещества, как и при волюметрическом титровании по Карлу Фишеру. В работе[1)] подробно рассмотрены вещества, мешающие титрованию по Карлу Фишеру.

5.2 В АСТМ Е 203 приведен перечень органических соединений, содержание воды в которых можно определить непосредственно, а также перечень соединений, содержание воды в которых можно определить только после проведения соответствующих химических реакций, устраняющих влияние мешающих соединений.

6 Аппаратура

6.1 Автоматический титратор[2)]

Автоматический титратор состоит из блока управления, ячейки для титрования, чувствительного двойного платинового электрода, генератора в сборе и магнитной мешалки. Прибор предназначен для кулонометрического генерирования йода, который стехиометрически реагирует с водой, присутствующей в растворе пробы. Количество кулонов электричества, которое потребовалось для генерирования йода, затем преобразуется в количество воды в микрограммах, которое выводится на дисплей.

6.2 Шприц вместимостью 50 $см^3$, оснащенный иглой для подкожных инъекций длиной 115 мм для удаления избытка раствора из камеры титрования.

Примечание 1 — После очистки стеклянные шприцы и иглы промывают безводным ацетоном, затем сушат в сушильном шкафу при температуре 100 °С не менее 1 ч и хранят в эксикаторе. Пластиковые шприцы после использования утилизируют.

6.3 Шприц вместимостью 20 $см^3$, оснащенный иглой для подкожных инъекций длиной 115 мм для введения нейтрализующего раствора в камеру титрования (см. примечание 1).

---

1) J. Mitchell, Jr. and D. M. Smith, «Aquametry» — A Treatise on Methods for the Determination of Water. Part III. The Karl Fischer Reagent, 2nd Ed., J. Wiley and Sons, Inc., New York, NY 1990.

2) Основная информация об автоматических кулонометрических титраторах приведена: M. T. Kelley, R. W. Stelzner, W. R. Laing and D. J. Fisher, Analytical Chemistry 31, No. 2, 220 (1959) and A. W. Meyer, Jr. and C. M. Boyd, Analytical Chemistry 31, No. 2, 215 (1959).

6.4 Шприцы вместимостью 1 и 5 $см^3$, оснащенные иглой для подкожных инъекций длиной 115 мм для введения проб в камеру титрования (см. примечание 1).

6.5 Шприц вместимостью 5 мкл, оснащенный иглой для подкожных инъекций длиной 115 мм для калибровки прибора (см. примечание 1).

6.6 Фторуглеродная смазка или TFE — фторуглерод для герметизации камеры для титрования.

6.7 Мембрана для герметизации отверстия для ввода пробы, обеспечивающая введение пробы шприцем с иглой и предотвращение проникания влаги. Мембрану при необходимости заменяют для предотвращения пропускания воздуха, которое можно определить по дрейфу показаний титратора.

6.8 Флаконы для проб.

6.9 Сушильный шкаф, обеспечивающий поддержание температуры (100 ± 5) °С.

6.10 Эксикатор с адсорбентом и индикатором, изменяющим цвет при насыщении влагой.

6.11 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью ± 0,0001 г.

7 Реактивы

7.1 Чистота реактивов

Если нет других указаний, реактивы должны соответствовать спецификациям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества[1)]. Можно использовать реактивы другой квалификации, если установлено, что квалификация реактива позволяет использовать его без снижения точности определения.

7.2 Реактив вода типа II или III по АСТМ Д 1193.

7.3 Реактивы Карла Фишера

Для определения содержания воды можно использовать автоматические титраторы и имеющиеся в продаже реактивы для кулонометрического титрования по KF. Традиционно в качестве органического основания в реактивах KF использовался пиридин. В настоящее время большинство производителей аппаратуры KF используют менее токсичные реактивы без пиридина, обладающие большей стабильностью и более слабым запахом. Рекомендуется по возможности использовать реактивы без пиридина. Для кулонометрического титрования обычно требуются два раствора. Анодный раствор — растворитель для титрующего раствора и катодный раствор — генератор титранта. В настоящее время имеются в продаже одно- или двухкомпонентные реактивы. Однокомпонентный реактив содержит все компоненты, необходимые для титрования по Карлу Фишеру в одном растворе. Двухкомпонентный реактив содержит отдельно растворитель и титрант.

Примечание 2 — Можно использовать следующие реактивы, не содержащие пиридин: Hydranal® Manual-Eugen Schotz reagents for Karl Fischer titration, from Riedel-deHaen (www.rdhlab.de), Sigma Aldrich (www.sigmaaldrich.com) или Moisture measurement by Karl Fischer Titrimetry, 2nd ed., by GFS Chemicals, Inc., January 2004.

7.3.1 Генератор титранта (катодный раствор), содержащий йодид, диоксид серы, пиридин или другое органическое основание и метанол или другой спирт для обеспечения образования йода в реакционной смеси.

7.3.2 Растворитель для титрующего раствора (анодный раствор), приготовленный в соответствии с инструкцией изготовителя аппаратуры.

7.3.3 Нейтрализующий раствор — метанол с содержанием воды примерно 20 $мг/см^3$.

8 Меры предосторожности

8.1 При смешивании реагентов и удалении из ячейки для титрования раствора, содержащего йод, пиридин или другое органическое основание, диоксид серы и метанол или другой спирт, используют химически стойкие перчатки. Следует избегать контакта реагентов с кожей или вдыхания паров.

[1)] Reagent Chemicals, American Chemical Society Specificatios, American Chemical Society, Washigton, D.C. (Химические реактивы. Спецификации Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества, см.: Analar Snandards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. (Чистые образцы лабораторных химических веществ), а также The United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD (Фармакопея США и Национальный фармакологический справочник).

9 Отбор проб

9.1 В связи с низким содержанием воды в пробе необходимо соблюдать меры предосторожности для предотвращения загрязнения образца влагой из контейнера для проб, окружающей среды или оборудования для ввода пробы.

9.1.1 Перед использованием контейнер для образца и крышку сушат в сушильном шкафу при температуре 100 °С в течение ночи. Охлаждают в эксикаторе и герметично закрывают.

9.1.2 Заполняют контейнер образцом по возможности быстро до уровня 25 мм от верхнего края и сразу закупоривают.

9.2 Пробу для испытания отбирают из контейнера сухим шприцем для подкожных инъекций. Перед отбором пробы шприцем вводят в контейнер сухой азот.

10 Подготовка аппаратуры

10.1 Очищают, сушат и собирают ячейку для титрования в соответствии с инструкцией изготовителя. Для герметизации от атмосферной влаги верхней и нижней ячеек аппаратуры используют фторуглеродную смазку или TFE — фторуглерод. Подключают к титратору провода датчиков и электродов генератора.

10.2 Готовят раствор для титрования (7.3.2) и заполняют резервуар аппарата в соответствии с инструкцией изготовителя.

10.3 Добавляют раствор генератора титранта (7.3.1) в сборку генератора и закрывают крышку. Уровень раствора генератора титранта должен быть ниже уровня раствора для титрования для предотвращения загрязнения обратным потоком раствора для титрования. Для поддержания низкого уровня раствор генератора титранта периодически удаляют.

10.4 Перемешивают растворитель для титрования, осторожно вращая ячейку, для удаления влаги со стенок. Затем перемешивают раствор не менее 20 мин для стабилизации атмосферы внутри ячейки для титрования.

Примечание 3 — Автоматические титраторы Mitsubishi не требуют проведения процедуры по 10.4.

10.5 Соединяют иглу для подкожных инъекций длиной 115 мм со шприцем вместимостью 20 $см^3$ и набирают в шприц примерно 15 $см^3$ нейтрализующего раствора (7.3.3). Вставляют иглу через мембрану для ввода образца и опускают ее кончик немного ниже поверхности раствора для титрования.

10.6 Медленно вводят нейтрализующий раствор в раствор для титрования до изменения цвета раствора от коричневого до светло-красного. Это означает нахождение вблизи конечной точки. Очень медленно продолжают введение, пока не загорится индикатор «ON», указывающий на присутствие избытка воды, затем осторожно удаляют шприц и иглу. Общий объем нейтрализующего раствора должен быть в диапазоне от 5 до 15 мл. Позволяют системе стабилизироваться в течение 1 ч.

11 Проверка калибровки

11.1 Процедура калибровки автоматических титраторов разных моделей может отличаться. Калибровку проводят с использованием образцов контроля качества (QC) с содержанием воды 10 мг/кг, 100 мг/кг и 1% масс. в соответствии с инструкцией изготовителя титратора. Желательно проверять калибровку со стандартным раствором, содержание воды в котором приблизительно соответствует ожидаемому диапазону содержания воды в образцах.

11.2 Рекомендуется использовать контрольную карту, построенную для образца QC. Проводят измерение образца QC каждый раз перед испытанием исследуемой пробы. Если отклонение измеренного значения превышает ± 5 % от сертифицированного значения, принимают соответствующие меры, прежде чем приступать к испытанию образца[1)].

Примечание 4 — Может потребоваться замена или регенерация растворов реагентов.

[1)] ASTM Руководство по представлению данных и анализу графиков. 7-е изд. ASTM Руководство серии MNL 7A [пересмотр специальной технической публикации (STP) 15D].

12 Проведение испытаний

12.1 Собирают сухой шприц и иглу и закрывают кончик иглы небольшим кусочком резиновой мембраны (далее — мембраны). Набирают в шприц от 1 до 2 мл пробы и удаляют в контейнер для отходов. Набирают в шприц количество пробы в соответствии с таблицей 1 и закрывают кончик иглы мембраной. Определяют массу шприца с точностью до ± 0,1 мг (см. таблицу 1, примечания 5 и 6).

Примечание 5 — При выполнении нескольких анализов на одной и той же пробе или при отборе значительного объема пробы следует поддерживать небольшое давление в контейнере с пробой с помощью сухого азота, подаваемого через иглу для подкожных инъекций, соединенную с источником азота.

Примечание 6 — При использовании шприца, точность которого достаточна для измерения объема пробы, массу пробы можно вычислить по объему и плотности пробы.

12.2 После стабилизации титратора осторожно вводят иглу шприца с пробой через мембрану и опускают ее ниже уровня раствора в ячейке титрования. Медленно вводят образец в раствор для титрования и начинают титрование. Удаляют шприц с иглой, закрывают кончик иглы мембраной и снова взвешивают с точностью до ± 0,1 мг для определения массы пробы. Титруют до конечной точки. Записывают полученное значение количества воды в микрограммах.

Примечание 7 — После проведения большого количества анализов следует уменьшить объем раствора, накопившегося в ячейке для титрования. Для этого используют шприц вместимостью 50 $см^3$ или сливают раствор через запорный кран при наличии. При получении неустойчивых результатов раствор удаляют и заменяют свежим.

Примечание 8 — Заменяют раствор генератора титранта, если его цвет становится желтым и результаты испытаний нестабильные.

13 Вычисления

13.1 Вычисляют содержание воды в образце с точностью до 0,001 % масс. по формуле

$$\text{Содержание воды, \% масс.} = \frac{\text{содержание воды, мкг}}{\text{масса образца, г} \cdot 10\,000}. \quad (1)$$

14 Протокол испытаний

14.1 В протоколе испытаний указывают содержание воды с точностью до 0,001 % масс.

15 Прецизионность и смещение

15.1 Прецизионность

Для оценки приемлемости результатов при использовании реагентов с пиридином (см. примечание 9) применяют следующие критерии.

15.1.1 Повторяемость (один оператор)

Коэффициент вариации, вычисленный для единичного определения, составляет 1,39 % отн. при количестве степеней свободы (DF) 61. С доверительной вероятностью 95 % расхождение результатов двух определений не должно превышать 3,9 % отн.

15.1.2 Лабораторная прецизионность (внутрилабораторная)

Коэффициент вариации результатов (каждый результат — среднеарифметическое значение двух определений), полученный одним и тем же оператором в разные дни, был оценен в 2,00 % отн. при DF = 31. С доверительной вероятностью 95 % расхождение результатов двух испытаний не должно превышать 5,6 % отн.

15.1.3 Воспроизводимость (разные лаборатории)

Коэффициент вариации результатов испытаний (каждый результат — среднеарифметическое значение двух определений), полученных разными операторами в разных лабораториях, был оценен в 6,12 % отн. при DF = 7. С доверительной вероятностью 95 % расхождение результатов двух испытаний не должно превышать 17,1 % отн.

15.2 Смещение

Смещение настоящего метода испытаний не установлено, поскольку отсутствуют пригодные стандартные образцы.

Примечание 9 — Прецизионность была установлена по результатам анализа межлабораторных исследований образцов толуола, этилацетата, этанола и ацетонитрила, содержащих приблизительно 0,02 % масс., 0,16 % масс., 0,52 % масс. и 2,04 % масс. воды соответственно. Один оператор в каждой из восьми лабораторий выполнял повторные определения в два разных дня, в сумме — 128 определений. Пять результатов исследований для толуола были признаны неудовлетворительными. Прецизионность была установлена по АСТМ Е 180 с использованием специальной компьютерной программы для дисперсионного анализа результатов эксперимента.

15.3 Прецизионность

Приведена прецизионность, полученная при межлабораторных исследованиях по определению содержания воды с реагентами без пиридина (см. примечание 10).

15.3.1 Повторяемость

Два результата повторных испытаний, полученных одним оператором, можно считать неудовлетворительными, если они отличаются более чем на значение, приведенное в таблице 2 для содержания воды, наиболее близко соответствующего исследуемому образцу.

15.3.2 Воспроизводимость

Среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в одной лаборатории, не должно отличаться от результатов другой лаборатории более чем на значение, приведенное в таблице 2 для содержания воды, наиболее близко соответствующего исследуемому образцу.

Таблица 2 — Повторяемость и воспроизводимость

Содержание воды, % масс.	Доверительная вероятность 95 %	
	Повторяемость, % отн.	Воспроизводимость, % отн.
0,03	2,8	15,9
0,42	3,1	3,2
1,6	3,1	5,2

Примечание 10 — Прецизионность была получена на основании результатов испытаний по АСТМ Д 4672 (метод В). Межлабораторные исследования были проведены в 2000 г. на трех образцах полиолов, содержащих примерно 0,03 % масс., 0,42 % масс. и 1,6 % масс. воды. Один оператор выполнял повторные определения и повторял их на следующий день. Прецизионность вычислялась по АСТМ Е 180.

15.3.3 Смещение для настоящего метода испытаний не определено.

Приложение Х1
(справочное)

Прецизионность и смещение для гликолей

Х1.1 Международным комитетом Е 15 АСТМ по промышленным и специальным химическим веществам в 2007 г. было проведено межлабораторное исследование № 52 для определения прецизионности шести методов испытаний, используемых при анализе гликолей. Прецизионность настоящего метода испытания получена на основании результатов межлабораторных исследований при определении содержания воды в органических жидкостях кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру, проведенных в 2007 г. Были проведены исследования трех разных материалов в 17 лабораториях. В 14 лабораториях были проведены исследования моноэтиленгликоля (MEG), в 13 лабораториях исследовались диэтиленгликоль (DEG) и триэтиленгликоль (TEG). Каждый результат испытания являлся независимым определением. Были получено по два результата испытаний в два дня, в общей сложности четыре результата на одно испытание. Следует отметить, что в восьми лабораториях исследования проводились одним оператором, в семи лабораториях — двумя операторами (в разные дни) и в двух лабораториях эта информация не была записана. В отчетах[1)] отмечалось отсутствии значений для одной или более лабораторий.

Х1.1.1 Повторяемость

Два результата испытаний, полученные в одной лаборатории, считают неэквивалентными, если их значения отличаются более чем на *r* для этого материала; *r* — расхождение результатов двух испытаний для одного и того же материала, полученных одним оператором на одном и том же оборудовании в один день в одной лаборатории.

Х1.1.2 Воспроизводимость

Два результата испытаний считают неэквивалентными, если их значения отличаются более чем на *R* для этого материала; *R* — расхождение результатов двух испытаний для одного и того же материала, полученных разными операторами на разном оборудовании в разных лабораториях.

Х1.1.3 Внутрилабораторная прецизионность

Стандартное отклонение ежедневных результатов одной лаборатории, полученных одним и тем же оператором, и стандартное отклонение промежуточной внутрилабораторной прецизионности было определено с использованием статистического анализа по АСТМ Е 180 (см. таблицу Х1.1). Для статистического анализа была использована версия 8.0 программного обеспечения системы статистического анализа (SAS).

Таблица Х1.1 — Определение содержания воды в органических жидкостях кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру

В процентах по массе

Образец	Среднеарифметическое значение (для всех лабораторий)	Повторяемость, стандартное отклонение	Промежуточное стандартное отклонение	Воспроизводимость, стандартное отклонение	Предел повторяемости	Промежуточная прецизионность	Предел воспроизводимости
MEG	0,0086	0,0009	0,0014	0,0025	0,0026	0,0038	0,0071
DEG	0,0649	0,0012	0,0014	0,0049	0,0032	0,0039	0,0137
TEG	0,0498	0,0019	0,0129	0,0157	0,054	0,0361	0,0439

Х1.1.3.1 В соответствии с АСТМ Е 180 анализ предусматривает рассмотрение результатов двух испытаний каждого дня как полученных в условиях повторяемости, промежуточной и воспроизводимой прецизионности для каждого анализа. Повторяемость оценивали по двум наборам результатов повторных испытаний для каждого дня, а промежуточную прецизионность — по соответствию результатов за два дня для всех лабораторий. **Предостережение** — Поскольку два дня — это короткий период времени, значение промежуточной прецизионности по АСТМ Е 180, вероятно, будет занижено.

Х1.1.4 Любое заключение о соответствии этих двух формулировок будет правильным с доверительной вероятностью 95 %.

Х1.2 Смещение

Смещение не установлено, поскольку отсутствуют стандартные материалы для определения смещения.

[1)] Информация приведена в исследовательском отчете ASTM RR № Е15-1062.

X1.3 Прецизионность была установлена на основании статистической обработки результатов испытаний трех материалов в 17 лабораториях. Были использованы следующие материалы:

- жидкость 1 — моноэтиленгликоль (MEG);
- жидкость 2 — диэтиленгликоль (DEG);
- жидкость 3 — триэтиленгликоль (TEG).

X1.3.1 Для оценки эквивалентности двух результатов испытаний рекомендуется выбирать материал, характеристики которого наиболее близки к испытуемому материалу.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов национальным стандартам ASTM и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ASTM D 1193—06 (2011)	—	*
ASTM D 4672—12	—	*
ASTM E 203—08	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.		

УДК 661.7:543.613.22:543.551.4:006.354 ОКС 71.080

Ключевые слова: органические жидкости, определение воды, кулонометрическое титрование по Карлу Фишеру

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 26.09.2019. Подписано в печать 10.10.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru