ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56343— 2015

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ МОНОЦИКЛИЧЕСКИЕ

Определение микропримесей методом газовой хроматографии с использованием внешней калибровки

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. № 70-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д 5917—12 «Стандартный метод определения следов примесей в моноциклических ароматических углеводородах газовой хроматографией с внешней калибровкой» (ASTM D 5917—12 «Standard test method for trace impurities in monocyclic aromatic hydrocarbons by gas chromatography and external calibration», IDT).

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

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов АСТМ соответствующие им национальные 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 (www.gost.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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Назначение и применение . . . 3
6 Перекрывание пиков . . . 3
7 Аппаратура . . . 3
8 Реактивы . . . 4
9 Предостережение . . . 4
10 Отбор проб . . . 5
11 Подготовка аппаратуры . . . 5
12 Калибровка . . . 5
13 Проведение испытаний . . . 6
14 Вычисления . . . 7
15 Протокол испытаний . . . 9
16 Прецизионность и смещение . . . 9
17 Руководство по качеству . . . 10
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов АСТМ национальным стандартам и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам . . . 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ МОНОЦИКЛИЧЕСКИЕ

Определение микропримесей методом газовой хроматографии с использованием внешней калибровки

Monocyclic aromatic hydrocarbons. Determination of trace Impurities by gas chromatography test method using the external calibration

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на моноциклические ароматические углеводороды: толуол, смесь ксилолов и *п*-ксилол и устанавливает метод определения микропримесей (следов) неароматических углеводородов методом газовой хроматографии с использованием внешней калибровки. Это позволяет определить чистоту толуола, смешанных ксилолов или *п*-ксилола. Для калибровки газохроматографической системы используют метод внешнего стандарта.

В аналогичном методе по стандарту АСТМ Д 2360 для калибровки используют метод внутреннего стандарта.

1.2 По методу настоящего стандарта можно определить содержание алифатических углеводородов, содержащих от 1 до 10 атомов углерода (от метана до декана), концентрацией от 0,001 % масс. до 2,500 % масс.

1.2.1 Небольшое количество бензола в смеси ксилолов или *п*-ксилола может не отличаться от неароматических соединений и определяется совместно с ними (см. раздел 6.1).

1.3 По методу настоящего стандарта можно обнаружить примеси моноциклических ароматических углеводородов, содержащих от 6 до 10 атомов углерода (от бензола до ароматических соединений C_{10}), концентрацией от 0,001 % масс. до 1,000 % масс.

1.4 Правила округления результатов испытаний при определении соответствия спецификациям установлены в АСТМ Е 29.

1.5 Значения в единицах системы СИ считаются стандартными.

1.6 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. Предостережение приведено в разделе 9.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты.

2.1 Стандарты АСТМ[1)]

ASTM D 841, Specification for nitration grade toluene (Спецификация на толуол квалификации для нитрования)

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

Издание официальное

ASTM D 2360, Test method for trace impurities in monocyclic aromatic hydrocarbons by gas chromatography (Метод определения микропримесей в моноциклических ароматических углеводородах с помощью газовой хроматографии)

ASTM D 3437, Practice for sampling and handling liquid cyclic products (Практика отбора проб и обращения с жидкими циклическими продуктами)

ASTM D 4052, Test method for density, relative density, and API gravity of liquids by digital density meter (Метод определения плотности, относительной плотности и плотности по API жидкостей цифровым плотномером)

ASTM D 4307, Practice for preparation of liquid blends for use as analytical standards (Практика приготовления смесей жидкостей для использования в качестве аналитических стандартов)

ASTM D 4790, Terminology of aromatic hydrocarbons and related chemicals (Терминология ароматических углеводородов и родственных химических соединений)

ASTM D 5136, Specification for high purity p-xylene (Спецификация на *п*-ксилол высокой чистоты)

ASTM D 5211, Specification for xylenes for p-xylene feedstock (Спецификация на ксилол сырье для производства *п*-ксилола)

ASTM D 6526, Test method for analysis of toluene by capillary column gas chromatography (Анализ толуола методом газовой хроматографии с использованием капиллярной колонки)

ASTM D 6563, Test method for benzene, toluene, xylene (BTX) concentrates analysis by gas chromatography [Метод анализа обогащенных бензола, толуола, ксилола (BTX) с использованием газовой хроматографии]

ASTM D 6809, Guide for quality control and quality assurance procedures for aromatic hydrocarbons and related materials (Руководство по контролю качества и процедуре обеспечения качества ароматических углеводородов и родственных материалов)

ASTM E 29, Practice for using significant digits in test data to determine conformance with specifications (Практика использования значащих цифр в результатах испытаний для определения соответствия спецификациям)

ASTM E 260, Practice for packed column gas chromatography (Практика набивки колонок для газовой хроматографии)

ASTM E 355, Practice for gas chromatography terms and relationships (Практическое применение и взаимосвязь терминов в газовой хроматографии)

ASTM E 691, Practice for conducting an interlaboratory study to determine the precision of a test method (Практика проведения межлабораторных исследований для определения прецизионности метода испытаний)

ASTM E 1510, Practice for installing fused silica open tubular capillary columns in gas chromatographs (Практика установки открытых кварцевых полых капиллярных колонок в газовый хроматограф)

2.2 Другие документы

Постановления OSHA, часть 29 Свода федеральных правил (США), параграфы 1910.1000 и 1910.1200 (OSHA Regulations, 29 CFR paragraphs 1910.1000 and 1910.1200[1)]).

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте использованы термины и определения по АСТМ Д 4790.

3.2 Смесь ксилолов представляет собой смесь ароматических углеводородов C_8, включающих *м*-ксилол, *о*-ксилол и *п*-ксилол. Промышленная конвенция включает этилбензол в «суммарные ксилолы», несмотря на то, что этилбензол по химической структуре не является ксилолом. При этом стирол не включают.

4 Сущность метода

Воспроизводимый объем анализируемого образца вводят в газовый хроматограф, оснащенный пламенно-ионизационным детектором (FID). Измеряют площадь пика каждой примеси и определяют содержание по линейному участку калибровочного графика зависимости площади пика от концентрации.

[1)] Можно ознакомиться в Управлении документов Правительственной типографии США, 732 N. Capitol St., NW, Mail Stop: SDE, Washington, DC 20401, http://www.access.gpo.gov.

Чистоту анализируемого образца вычисляют по хроматограмме (GC), вычитая из 100,00 сумму обнаруженных примесей. Результаты приводят в процентах по массе.

5 Назначение и применение

5.1 Часто требуется определить тип и количество углеводородных примесей в толуоле, смешанных ксилолах и *п*-ксилоле, используемых в качестве промежуточных химических продуктов и растворителей. Настоящий метод можно использовать для определения соответствия продукции спецификациям, для внутреннего контроля качества при производстве или использовании. Типичными примесями являются алканы, содержащие от 1 до 10 атомов углерода, бензол, толуол, этилбензол, ксилолы и ароматические углеводороды, содержащие девять атомов углерода.

5.2 Чистоту обычно записывают как результат вычитания определенного количества примесей из 100,00. Однако газохроматографический анализ не позволяет определить абсолютную чистоту, если в исследуемом материале содержатся неизвестные или неопределенные компоненты.

5.3 Настоящий метод испытания аналогичен методу по АСТМ Д 2360, однако межлабораторные исследования показали наличие расхождения между двумя методами, поэтому результаты испытаний могут быть несопоставимы.

6 Перекрывание пиков

6.1 В некоторых случаях в смеси ксилолов и *п*-ксилола сложно отделить бензол от неароматических углеводородов и поэтому их содержание определяют как сумму. При необходимости определения точной концентрации бензола следует использовать альтернативный метод по АСТМ Д 6526.

6.2 Полное разделение этилбензола и *м*-ксилола в *п*-ксилоле затруднено, и считается достаточным, если расстояние от базовой линии до впадины между пиками не превышает 50 % высоты пика примеси.

7 Аппаратура

7.1 Газовый хроматограф

Можно использовать любой прибор, оснащенный пламенно-ионизационным детектором, обеспечивающий работу в условиях, приведенных в таблице 1. Чувствительность системы должна обеспечивать высоту пика для содержания примеси 0,001 % масс. не менее чем в два раза выше фонового сигнала.

Таблица 1 — Рекомендуемые условия работы газового хроматографа

Наименование	Требование
Ввод	Делитель потока
Температура, °С	270
Колонка:	
- капиллярная	Кварцевая
- длина, м	60
- внутренний диаметр, мм	0,32
- неподвижная фаза	Сшитый полиэтиленгликоль
- толщина пленки неподвижной фазы, мкм	0,25
Программа температуры колонки:	
- начальная температура, °С	60
- время выдерживания при начальной температуре, мин	10
- программирование скорости, °С/мин	5
- конечная температура, °С	150
- время выдерживания при конечной температуре, мин	10
Газ-носитель:	Гелий или водород
- линейная скорость, см/с, при 145 °С	20 — для гелия или 45 — для водорода
- соотношение деления	100 : 1
Объем образца, мкл	1,0
Детектор:	Пламенно-ионизационный
- температура, °С	300
- время испытания, мин	30

7.2 Колонки

Выбор колонки зависит от требований к разрешению пиков. Можно использовать любую колонку, обеспечивающую отделение пиков всех значимых примесей от пика основного компонента. Колонки и условия, приведенные в таблице 1, используют при разногласиях в качестве арбитражных.

7.3 Регистратор

Для получения хроматограмм рекомендуется использовать электронный интегратор.

7.4 Инжектор

Ввод образца в газовый хроматограф должен быть точным и воспроизводимым. Следует использовать автоматическое устройство для ввода образца, ручной ввод можно применять при соблюдении требований 12.7.

7.5 Мерная колба вместимостью 100 см^3.

7.6 Шприц вместимостью 100 мкл.

8 Реактивы

8.1 При испытаниях используют реактивы квалификации ч. д. а. Если нет других указаний, реактивы должны соответствовать спецификации Комитета аналитических реактивов Американского химического общества[1)].

8.2 Газ-носитель

Используют гелий или водород чистотой для хроматографии 99,999 %. Газ-носитель, топливный и нагнетаемый газы пропускают через ловушки для снижения содержания оставшегося кислорода, воды и углеводородов. Очищают воздух пропусканием через ловушки для снижения содержания углеводородов и воды.

8.3 Воздух

Используют воздух чистотой для хроматографии с содержанием углеводородов не более 0,1 ppm.

8.4 *п*-Ксилол особой чистоты не менее 99,999 % масс.

8.4.1 В продаже имеется *п*-ксилол чистотой менее 99,9%, который можно очистить перекристаллизацией. Для приготовления 1,9 дм^3 *п*-ксилола высокой чистоты помещают в морозильник для хранения легковоспламеняющихся жидкостей примерно 3,8 дм^3 *п*-ксилола и выдерживают при температуре минус (10 ± 5) °С до тех пор, пока примерно от 1/2 до 3/4 объема *п*-ксилола не кристаллизуется. Для этого требуется примерно 5 ч. Затем декантируют жидкую часть. Кристаллы являются очищенным *п*-ксилолом. Позволяют *п*-ксилолу расплавиться и повторяют процедуру кристаллизации оставшейся части образца *п*-ксилола до соответствия его чистоты требованиям газовой хроматографии.

8.5 Для калибровки используют чистые соединения: *н*-нонан, бензол, толуол, этилбензол, *о*-ксилол, *м*-ксилол и кумол. При необходимости калибровочная смесь может включать *п*-диэтилбензол (PDEB). Чистота всех реактивов должна быть не менее 99 % масс. При чистоте реактива менее 99 % масс. должны быть идентифицированы примеси и известна их концентрация, чтобы скорректировать состав стандартного раствора на наличие примесей.

9 Предостережение

9.1 Следует строго соблюдать правила, инструкции по охране труда и технике безопасности при работе с материалами, используемыми в настоящем методе.

[1)] Reagent Chemicals, American Chemical Society Specificatios, American Chemical Society, Washigton, D.C. (Химические реактивы. Спецификация 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 для лабораторных химикатов), а также The United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD (Фармакопея США и Национальный фармакологический справочник).

10 Отбор проб

10.1 Пробы отбирают по АСТМ Д 3437.

11 Подготовка аппаратуры

11.1 Следуют инструкциям изготовителя по установке колонки в хроматограф, ее кондиционированию и регулировке аппарата в соответствии с условиями, приведенными в таблице 1, обеспечивающими достаточное время для достижения оборудованием равновесия. Дополнительная информация о практическом применении метода газовой хроматографии и терминология приведены в АСТМ Е 260, АСТМ Е 355 и АСТМ Е 1510.

12 Калибровка

12.1 Готовят искусственную смесь из *п*-ксилола особой чистоты добавлением примесей углеводородов в концентрациях, соответствующих ожидаемым в анализируемых образцах. Объем примеси каждого углеводорода измеряют с точностью до 1 мкл; все эталонные соединения перед смешиванием должны иметь одну температуру. В таблице 2 приведен пример калибровочной смеси. В приведенной смеси *н*-нонан представляет примеси неароматических углеводородов, кумол — ароматических углеводородов, содержащих не менее девяти атомов углерода, за исключением *п*-диэтилбензола (PDEB). Если PDEB включен в калибровочную смесь, в смеси должен присутствовать непосредственно PDEB.

Таблица 2 — Приготовление калибровочной смеси

Углеводород	Плотность[A)]	Объем, мкл	Содержание (с PDEB)		Содержание (без PDEB)	
			% об.	% масс.	% об.	% масс.
п-Ксилол	0,861	99,60—99,62 мл	99,60	99,60	99,62	99,62
Бензол	0,879	20	0,020	0,020	0,020	0,020
Толуол	0,867	20	0,020	0,020	0,020	0,020
Этилбензол	0,867	100	0,100	0,100	0,100	0,100
о-Ксилол	0,880	100	0,100	0,102	0,100	0,102
Кумол	0,862	20	0,020	0,020	0,020	0,020
н-Нонан	0,718	20	0,020	0,017	0,020	0,017
м-Ксилол	0,864	100	0,100	0,101	0,100	0,101
PDEB	0,866	20	0,020	0,020	—	—

[A)] Плотность при температуре 20 °С.

Примечание — Значения плотности приведены по справочнику ASTM DS 4A «Физические константы углеводородов C_1—C_{10}», 1971.

12.1.1 Все эталонные соединения перед подготовкой калибровочного стандарта и любые анализируемые образцы должны иметь одинаковую температуру, предпочтительно температуру окружающей среды или 20 °С.

12.2 Вычисляют концентрацию каждой примеси C_i в калибровочной смеси в процентах по массе, используя значения объема и плотности по таблице 2, по формуле

$$C_i = 100 D_i V_i / V_t D_p, \quad (1)$$

где D_i — плотность *i*-й примеси по таблице 2;

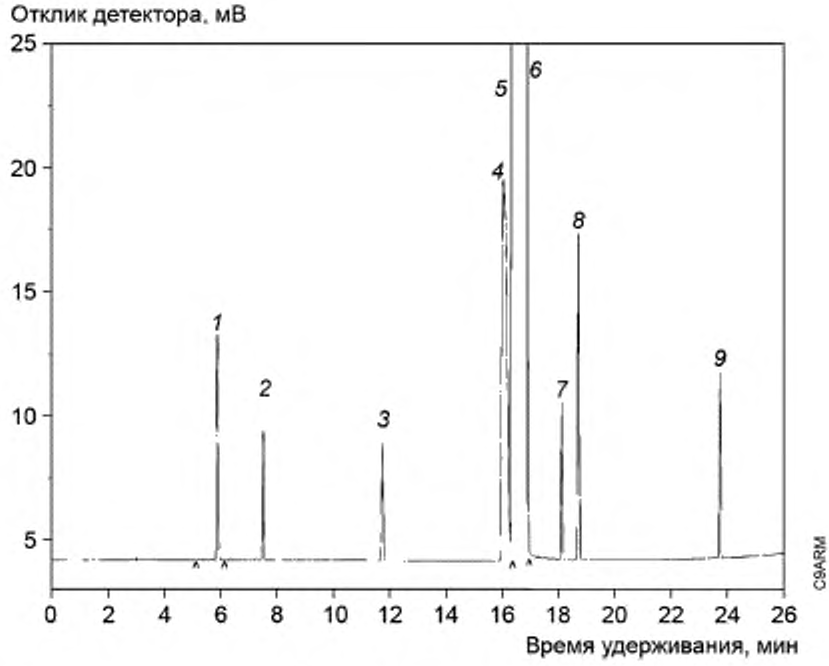
V_i — объем *i*-й примеси, мл;

V_t — общий объем стандартной смеси, мл;

D_p — плотность *п*-ксилола по таблице 2.

12.2.1 Можно использовать калибровочные стандарты, подготовленные гравиметрически по АСТМ Д 4307.

12.3 Вводят в хроматограф раствор, полученный по 12.1, получают и обрабатывают данные. Типичная хроматограмма приведена на рисунке 1.



1 — неароматические углеводороды; *2* — бензол; *3* — толуол; *4* — этилбензол; *5* — *п*-ксилол; *6* — *м*-ксилол; *7* — изопропилбензол (кумол); *8* — *о*-ксилол; *9* — *п*-диэтилбензол

Рисунок 1 — Типичная хроматограмма калибровочного стандарта

12.4 Коэффициент чувствительности для *i*-й примеси в калибровочной смеси определяют по формуле

$$RF_i = C_i / A_i, \quad (2)$$

где C_i — концентрация *i*-й примеси, вычисленная по 12.2, % масс.;

A_i — площадь пика *i*-й примеси.

12.5 Калибровочные растворы анализируют не менее трех раз и вычисляют среднеарифметическое значение *RF*.

12.6 Определяют стандартное отклонение коэффициента чувствительности *RF* для каждой примеси с использованием калькулятора или программы обработки электронных таблиц. Определяют коэффициент вариации CV_i для каждого *RF* по формуле

$$CV_i = 100 SD_i / Avg_i, \quad (3)$$

где SD_i — стандартное отклонение для RF_i;

Avg_i — среднеарифметическое значение *RF* для *i*-й примеси.

12.7 Коэффициент вариации для коэффициента чувствительности любой примеси, вычисленный не менее чем для трех последовательных анализов калибровочных растворов, не должен превышать 10 %.

13 Проведение испытаний

13.1 Доводят температуру образца и калибровочных смесей до температуры окружающей среды, предпочтительно до 20 °С. Убеждаются, что температура образца соответствует температуре калибровочного стандарта по разделу 12.

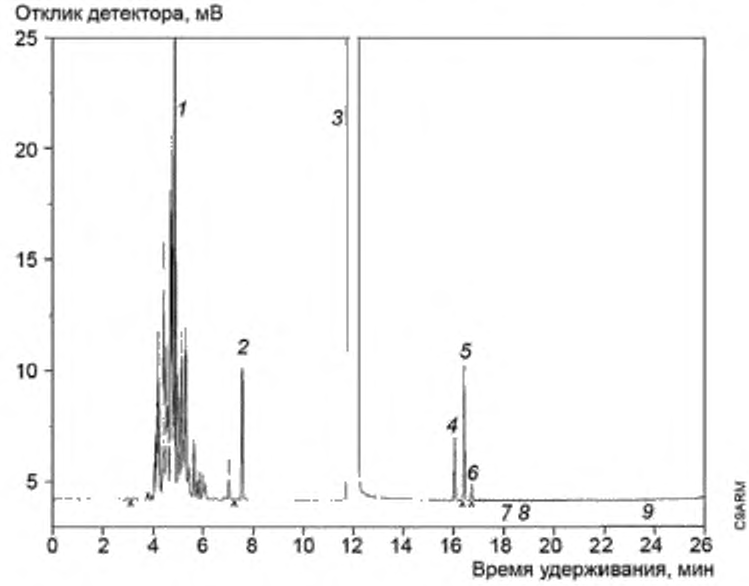
13.2 Вводят количество образца, соответствующее условиям эксплуатации используемого хроматографа. Количество вводимого образца должно быть идентично используемому в 12.3 и удовлетворять критерию по 12.7.

14 Вычисления

14.1 Измеряют площади всех пиков кроме пика основного компонента (компонентов). Условия измерений образца и калибровочной смеси должны быть идентичными. Общее количество неароматических углеводородов определяют по разности суммы площадей пиков компонентов, выходящих до *о*-ксилола, минус площади пиков бензола, толуола, этилбензола, *п*-ксилола, *м*-ксилола и кумола (изопропилбензол на рисунке 1). Ароматические углеводороды C_{9+}, а также все компоненты, выходящие после *о*-ксилола, определяют как кумол, суммируют и отражают как группу. В некоторых случаях отдельные компоненты ароматических углеводородов C_{9+}, такие как кумол или *п*-диэтилбензол (см. рисунок 1), можно представить отдельно. В таких случаях в группу ароматических углеводородов C_{9+} не включают представленные отдельно компоненты, а остальные ароматические углеводороды C_{9+} выражают как ароматические углеводороды C_{9+}, за исключением указанных компонентов.

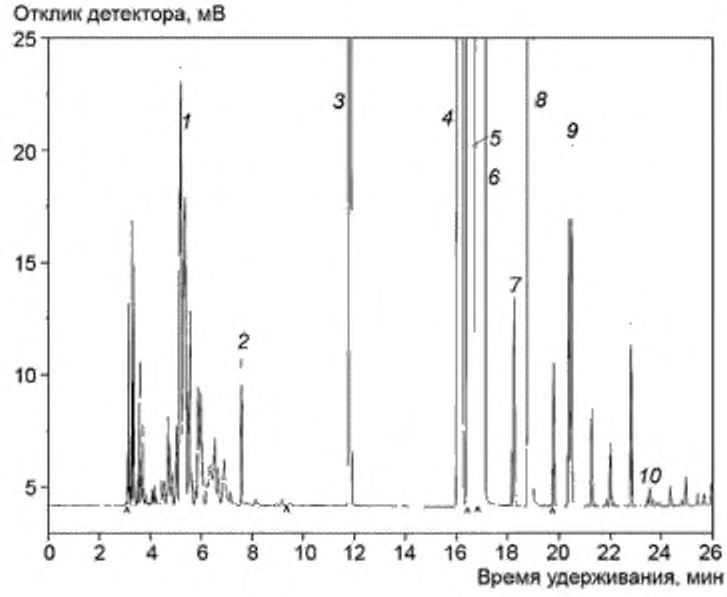
14.2 Плохо разрешающийся пик, например пик *м*-ксилола, часто перекрывается с соседним пиком. Делают последовательные измерения хроматограммы образца и хроматограммы калибровочной смеси для перекрывающихся пиков или пиков с плохим разрешением.

14.3 На рисунке 2 приведена хроматограмма толуола по АСТМ Д 841, на рисунке 3 — смеси ксилолов по АСТМ Д 5211, на рисунке 4 — *п*-ксилола по АСТМ Д 5136.



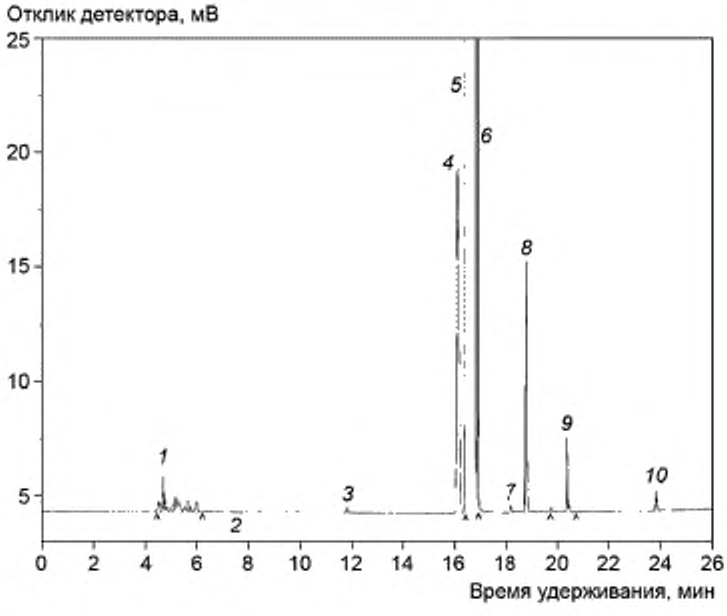
1 — неароматические углеводороды; *2* — бензол; *3* — толуол; *4* — этилбензол; *5* — *п*-ксилол; *6* — *м*-ксилол; *7* — изопропилбензол (кумол); *8* — *о*-ксилол; *9* — *п*-диэтилбензол

Рисунок 2 — Типичная хроматограмма толуола по АСТМ Д 841



1 — неароматические углеводороды; *2* — бензол; *3* — толуол; *4* — этилбензол; *5* — *п*-ксилол; *6* — *м*-ксилол; *7* — изопропилбензол (кумол); *8* — *о*-ксилол; *9* —ароматические углеводороды C_{9+}; *10* — *п*-диэтилбензол

Рисунок 3 — Типичная хроматограмма смеси ксилолов по АСТМ Д 5211



1 — неароматические углеводороды; *2* — бензол; *3* — толуол; 4 — этилбензол; 5 — *п*-ксилол; 6 — *м*-ксилол; *7* — изопропилбензол (кумол); 8 — *о*-ксилол; 9 — ароматические углеводороды C_{9+}; 10 — *п*-диэтилбензол

Рисунок 4 — Типичная хроматограмма *п*-ксилола по АСТМ Д 5136

14.4 Массовую долю неароматических соединений и каждой примеси C_i в процентах вычисляют следующим образом. Для всех неароматических компонентов используют коэффициент чувствительности, определенный для *н*-нонана, коэффициент чувствительности *о*-ксилола — для *о*-ксилола, коэффициент чувствительности *м*-ксилола — для *м*-ксилола, коэффициент чувствительности кумола — для всех ароматических углеводородов, содержащих девять или более атомов углерода, за исключением *п*-диэтилбензола (PDEB). Если PDEB входит в калибровочную смесь, используют коэффициент чувствительности PDEB, вычисляемый по формуле

$$C_i = A_i RF_i D_c / D_s, \quad (4)$$

где A_i — площадь пика *i*-й примеси;

RF_i — коэффициент отклика *i*-й примеси по 12.4;

D_c — плотность калибровочного раствора (*п*-ксилола) по таблице 2;

D_s — плотность образца по таблице 2 или по АСТМ Д 4052.

14.5 Чистоту основного компонента или компонентов образца, % масс., вычисляют по формуле

$$\text{чистота} = 100{,}00 - C_t, \quad (5)$$

где C_t — общая концентрация всех примесей, % масс.

14.5.1 Если основной компонент образца — смесь, например смесь ксилолов, а не одно ароматическое соединение, регистрируют общее количество основного компонента. Вычитают общее содержание примесей из 100 (общее количество смеси ксилолов). Этот метод не следует использовать для распределения основных компонентов. Для распределения ксилолов в смеси можно использовать метод по АСТМ Д 6563.

15 Протокол испытаний

15.1 В протоколе испытаний указывают содержание отдельных примесей, общее содержание неароматических соединений и общее содержание ароматических соединений C_{9+} с точностью до 0,001 % масс.

15.2 Содержание примесей менее 0,001 масс. фиксируют как < 0,001 масс. и считают сумму примесей как 0,000.

15.3 В протоколе испытаний общее содержание примесей регистрируют с точностью до 0,01 % масс.

15.4 Чистоту основного компонента или компонентов в протоколе испытаний приводят как чистоту методом GC и записывают с точностью до 0,01 % масс.

16 Прецизионность и смещение[1)]

16.1 Прецизионность

Для оценки приемлемости с доверительной вероятностью 95 % результатов, полученных по настоящему методу, использованы следующие критерии. Прецизионность для толуола и смеси ксилолов была получена на основании результатов межлабораторных исследований, представленных шестью лабораториями. Каждый участник межлабораторных исследований исследовал два калибровочных стандарта — образец смеси ксилолов и образец толуола. Каждый образец был проанализирован два раза в два дня двумя разными операторами. Прецизионнность для *п*-ксилола была получена в одной лаборатории при анализе одного и того же образца ежедневно в течение 51 дня. Результаты межлабораторных исследований были вычислены и проанализированы по АСТМ Е691. Поскольку данные для *п*-ксилола получены только в одной лаборатории, воспроизводимость не установлена.

16.1.1 В таблице 3 приведены промежуточная прецизионность и воспроизводимость, в первой графе таблицы в скобках приведены значения средних концентраций примесей.

[1)] Подробные данные можно получить в штаб-квартире ASTM International при запросе исследовательского отчета RR:D16-1020.

Таблица 3 — Промежуточная прецизионность и воспроизводимость

В процентах по массе

Вещество	Промежуточная прецизионность	Воспроизводимость
Толуол		
Неароматические углеводороды (0,017) Этилбензол (0,017) *п*-Ксилол (0,009) *м*-Ксилол (0,013) *о*-Ксилол (0,001) Толуол (99,94)	0,0040 0,0014 0,0025 0,0013 0,0003 0,0160	0,0083 0,0030 0,0027 0,0025 0,0005 0,0210
Смесь ксилолов		
Неароматические углеводороды (2,286) Толуол (0,675) Кумол (0,010) Ксилолы (96,93)	0,1039 0,0244 0,0006 0,1280	0,3688 0,1580 0,0020 0,3690
п-Ксилол		
Неароматические углеводороды (0,014) Толуол (0,006) Этилбензол (0,076) *п*-Ксилол (99,694) *м*-Ксилол (0,142) *о*-Ксилол (0,055) *п*-Диэтилбензол (0,004)	0,0052 0,0014 0,0024 0,0100 0,0038 0,0016 0,0008	— — — — — — —

16.2 Промежуточная прецизионность

Результаты, полученные одним и тем же оператором, считаются достоверными, если они отличаются не более чем на числовое значение, приведенное в таблице 3.

16.3 Воспроизводимость

Результаты, полученные двумя лабораториями, считаются достоверными, если они отличаются не более чем на числовое значение, приведенное в таблице 3.

16.4 Смещение

При проведении межлабораторных испытаний отсутствовали принятые стандартные материалы, поэтому смещение не установлено.

17 Руководство по качеству

17.1 В АСТМ Д 6809 приведены показатели QA/QC, которые можно использовать для настоящего метода. Для обеспечения качества результатов исследований рекомендуется выбрать и выполнять соответствующие процедуры QA/QC, приведенные в АСТМ Д 6809.

Приложение ДА
(справочное)

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

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ASTM D 841—13	—	*
ASTM D 2360—11	—	*
ASTM D 3437—11	—	*
ASTM D 4052—11	—	*
ASTM D 4307—99(2010)	—	*
ASTM D 4790—11	—	*
ASTM D 5136—09(2013)	—	*
ASTM D 5211—12	—	*
ASTM D 6526—12	—	*
ASTM D 6563—12	—	*
ASTM D 6809—02(2012)	—	*
ASTM E 29—13	—	*
ASTM E 260—96(2011)	—	*
ASTM E 355—96(2007)	—	*
ASTM E 69—13	—	*
ASTM E 1510—95(2013)	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта АСТМ.		

УДК 547.53:543.064:543.544.32:006.354 ОКС 71.080

Ключевые слова: моноциклические ароматические углеводороды, определение микропримесей, метод газовой хроматографии, внешняя калибровка

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

Сдано в набор 26.09.2019. Подписано в печать 25.10.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,55.

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