ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57823— 2017

РАСТВОРИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ ГАЛОГЕНСОДЕРЖАЩИЕ И ИХ СМЕСИ

Методы определения нелетучих веществ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Ассоциацией «Некоммерческое партнерство Координационно-информационный центр государств — участников СНГ по сближению регуляторных практик» (Ассоциация «НП КИЦ СНГ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 60 «Химия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 октября 2017 г. № 1488-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д2109—01 (2016) «Стандартный метод определения нелетучих веществ в галогенсодержащих органических растворителях и их смесях» (ASTM D2109—01 (2016) «Standard test methods for nonvolatile matter in halogenated organic solvents and their admixtures», IDT).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 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, 2017, 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

РАСТВОРИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ ГАЛОГЕНСОДЕРЖАЩИЕ И ИХ СМЕСИ

Методы определения нелетучих веществ

Halogenated organic solvents and their admixtures. Methods for determination of nonvolatile matters

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает методы определения нелетучих веществ в галогенсодержащих органических растворителях и их смесях.

1.2 Регламентированы пять методов испытаний:

1.2.1 Метод *A* — Применяют для галогенсодержащих органических растворителей и их смесей, содержащих менее 50 ppm нелетучих веществ, или при требуемой точности более ±10 ppm.

1.2.2 Метод *B* — Применяют для галогенсодержащих органических растворителей и их смесей, содержащих более 50 ppm нелетучих веществ, или при требуемой точности более ± 0,001 % (10 ppm).

1.2.3 Метод *C* — Применяют для кипящих при низких температурах галогенсодержащих органических растворителей и их смесей (например, хлорид метилена, трихлортрифторэтан), которые могут перегреваться и выплескиваться при выпаривании досуха паром. Достигаемая точность составляет более ±10 ppm.

1.2.4 Метод *D* — Применяют при быстром определении нелетучих веществ в галогенсодержащих органических растворителях и их смесей и при требуемой точности более ±10 ppm.

1.2.5 Метод *E* — Применяют для галогенсодержащих органических растворителей и их смесей при требуемой точности более ±10 ppm.

1.3 Значения, записанные в единицах системы СИ, считают стандартными.

1.4 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов безопасности, связанных с использованием данных методов испытаний. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение правил безопасности и охраны здоровья (персонала), а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Термины и определения

2.1 В настоящем стандарте применены следующие термины и определения:

2.1.1 Термин «нелетучие вещества» не следует истолковывать как эквивалент термину «зольный остаток», «остаток после прокаливания», или «содержание золы». Твердые частицы, осадки и взвешенные вещества не следует рассматривать как нелетучие компоненты. Если такие компоненты присутствуют в образце, их следует удалить фильтрованием или декантацией перед проведением анализа. Нелетучими считают вещества, присутствующие в растворителе и оставшиеся при высыхании растворителя при определенной температуре.

2.1.2 Термины «нелетучие вещества» и «сухой остаток» считают взаимозаменяемыми терминами.

Издание официальное

3 Назначение и применение

3.1 Нелетучие вещества в растворителях могут негативно влиять на их свойства. Настоящие методы испытаний могут использовать для контроля загрязнения кипящих растворителей, которые могут уменьшать стабильность растворов при слишком высоком загрязнении.

3.2 Данные методы испытаний могут быть использованы для обеспечения производства и требований к поставляемой продукции.

4 Аппаратура и посуда

4.1 Печь с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до температуры 100 ± 5 °С.

4.2 Чаша для выпаривания платиновая или стеклянная с высоким содержанием кремния, вместимостью 125 см^3, для методов *A, B* и *C*.

4.3 Чаша для выпаривания размером 80 × 45 или 115 × 50 мм для метода *D*.

4.4 Паровая баня или нагревательная плита.

4.5 Нагревательная плита для метода *D*.

4.6 Излучательный нагреватель мощностью 250 Вт для метода *E*.

4.7 Аналитические весы с точностью взвешивания до 0,0001 г.

4.8 Весы большой загрузки с точностью взвешивания до 0,01 г.

4.9 Алюминиевая чаша для весов размером 57 × 18 мм для метода *D*.

4.10 Алюминиевая чаша для весов вместимостью 200 см^3 для метода *E*.

4.11 Мерная колба вместимостью 1000 см^3 для метода *A*.

4.12 Мерная пипетка вместимостью 100 см^3 для методов *B* и *E*.

4.13 Мерный цилиндр вместимостью 1000 см^3 для метода *C*.

4.14 Колба Эрленмейера вместимостью 1500 см^3 для метода *C*.

Метод *A*

5 Проведение испытаний

5.1 Высушивают платиновую (или стеклянную с высоким содержанием кремния) чашу для выпаривания вместимостью 125 см^3 в печи при температуре 105 ± 5 °С и охлаждают в осушителе. Повторяют до тех пор, пока масса не станет постоянной или в пределах 0,1 мг после последнего взвешивания. Промывают чистую сухую мерную колбу вместимостью 1000 см^3 растворителем и заполняют до отметки растворителем для анализа. Переворачивают чашу для выпаривания, помещают на горло колбы, крепко придерживая, и переворачивают колбу. В таком положении на паровую баню помещают чашу для выпаривания и колбу. Устанавливают опорное кольцо так, чтобы горло колбы находилось на 25 мм выше дна чаши для выпаривания. В таком положении мерная колба автоматически подает растворитель на чашу во время испарения. (**Внимание** — Данный метод следует проводить в вентилируемом непыльном помещении).

5.2 Выпаривают 1000 см^3 образца до сухого состояния. Снимают чашу для выпаривания с водяной бани с помощью металлических щипцов и промокают ее безворсовой бумажной салфеткой.

Примечание — Поверхность нагревательных плит достигает высоких температур. Если для испарения растворителя используют нагревательную плиту, чашу для выпаривания следует поместить внутри паровой бани, которую помещают на нагревательную плиту, чтобы предотвратить нагрев образца до температур, превышающих 105 °С.

5.3 Помещают чашу с содержимым в печь при температуре 105 ± 5 °С приблизительно на 1 ч. Охлаждают в осушителе и взвешивают чашу с содержимым.

6 Обработка результатов

Массовую долю нелетучих веществ, ppm, вычисляют по формуле

$$\text{Нелетучие вещества} = \frac{A \cdot 10^6}{B \cdot 1000} = \frac{A \cdot 1000}{B}, \quad (1)$$

где A — масса осадка, г;

B — плотность образца, г/см^3.

7 Прецизионность

7.1 Повторяемость результатов (при проведении анализа одним оператором) составляет 0,2 ppm. Два результата считают недействительными (при доверительной вероятности 95%), если расхождение между ними превышает 0,7 ppm.

7.2 Воспроизводимость результатов (при проведении испытаний в разных лабораториях) составляет 1,0 ppm. Два результата считают недействительными (при доверительной вероятности 95%), если расхождение между ними превышает 4,6 ppm.

Метод *B*

8 Проведение испытаний

8.1 Высушивают платиновую (или стеклянную с высоким содержанием кремния) чашу для выпаривания вместимостью 125 см^3 в печи при температуре 105 ± 5 °С и охлаждают в осушителе. Повторяют до тех пор, пока масса не станет постоянной или в пределах 0,1 мг после последнего взвешивания. Отбирают пипеткой 100 см^3 образца, переносят в чашу для выпаривания и помещают на водяную баню.

8.2 Выпаривают образец до сухого состояния (см. примечание в 5.2). Снимают чашу для выпаривания с водяной бани с помощью металлических щипцов и промокают ее безворсовой бумажной салфеткой.

8.3 Помещают чашу с содержимым в печь при температуре 105 ± 5 °С приблизительно на 1 ч. Охлаждают в осушителе и взвешивают чашу с содержимым.

9 Обработка результатов

Массовую долю нелетучих веществ, %, вычисляют по формуле

$$\text{Нелетучие вещества} = \frac{A \cdot 100}{B \cdot 100} = \frac{A}{B}, \qquad (2)$$

где A — масса осадка, г;

B — плотность образца, г/см^3.

10 Прецизионность и повторяемость

10.1 Прецизионность — единственным существенным различием между методом *B* и методами *A* и *C* является объем пробы (100 см^3 по сравнению с 1000 см^3). Поэтому прецизионность метода приблизительно в 10 раз больше, чем для методов *A* и *C*, или 2 ppm для повторяемости и 10 ppm для воспроизводимости.

10.2 Повторяемость в данном методе не определяют.

Метод *C*

11 Проведение испытаний

11.1 Высушивают платиновую (или стеклянную с высоким содержанием кремния) чашу для выпаривания вместимостью 125 см^3 в печи при температуре 105 ± 5 °С и охлаждают в осушителе. Повторяют до тех пор, пока масса не станет постоянной или в пределах 0,1 мг после последнего взвешивания. Промывают чисто сухой мерный цилиндр вместимостью 1000 см^3 и колбу Эрленмейера вместимостью 1500 см^3 растворителем для анализа.

11.2 Отбирают 1000 см^3 образца в чистый цилиндр и переносят 970 см^3 в чистую колбу Эрленмейера. Упаривают до объема приблизительно 40 см^3 на водяной бане или нагревательной плите в вытяжном шкафу. Не выпаривают досуха.

11.3 Переносят оставшийся раствор в чашу для выпаривания. Дважды промывают колбу оставшимися в цилиндре порциями образца объемом 15 см^3 (см. примечание). Добавляют остатки в чашу для выпаривания.

Примечание — Все остатки образца используют для промывки колбы и должны быть включены в объем пробы.

11.4 Полностью испаряют образец, осторожно нагревая плиту. Защищают чашу для выпаривания от внешних воздействий и не допускают ее нагрева свыше 60 °С (140 °F). После завершения испарения высушивают чашу для выпаривания в печи при температуре 105 °С в течение 30 мин, охлаждают в осушителе в течение 30 мин и взвешивают.

12 Обработка результатов

12.1 Массовую долю нелетучих веществ, % или ppm, вычисляют по формуле

$$\text{Нелетучие вещества} = \frac{A \cdot 10^6}{B \cdot 1000} = \frac{A \cdot 1000}{B}, \quad (3)$$

где A — масса осадка, г;

B — плотность образца, г/см^3.

13 Прецизионность и отклонение

13.1 Повторяемость (при проведении анализа одним оператором) — стандартное отклонение результатов, составляющее 0,2 ppm. Два результата считают недействительными (при доверительной вероятности 95%), если расхождение между ними превышает 0,7 ppm.

13.2 Воспроизводимость (межлабораторная) — стандартное отклонение результатов, составляющее 1,0 ppm. Два результата считают недействительными (при доверительной вероятности 95 %), если расхождение между ними превышает 4,6 ppm.

Метод *D*

14 Проведение испытаний

14.1 Взвешивают 100 г образца на весах высокой загрузки в чаше для выпаривания (размером 80 × 45 или 115 × 50 мм) и помещают на водяную баню. Записывают массу образца. Регулируют нагрев, чтобы образец кипел без разбрызгивания и выплескивания из чаши. Выпаривание растворителя проводят в вытяжном шкафу.

14.2 Во время выпаривания образца взвешивают алюминиевую чашу для взвешивания с точностью до 0,0001 г и записывают результат как W_1, г.

14.3 Упаривают образец до объема от 8 до 12 см^3 и переносят на алюминиевую чашу для взвешивания, используя металлические щипцы.

14.4 Помещают алюминиевую чашу для взвешивания на нагревательную плиту и упаривают до объема 1 см^3.

14.5 Переносят алюминиевую чашу для взвешивания в печь, нагретую до температуры 105 °С и выдерживают в течение 30 мин.

14.6 Достают чашу из печи, дают остыть в течение 1 мин и взвешивают чашу. Записывают результаты как W_2, г. Нет необходимости охлаждать чашу в осушителе.

14.7 Содержание нелетучих веществ вычисляют по формуле

$$\text{ppm нелетучих веществ} = \frac{(W_2 - W_1) \cdot 1000000}{\text{масса образца}}. \quad (4)$$

14.8 В большинстве случаев определения могут быть проведены быстрее следующим путем.

14.8.1 Ставят образец в печь при температуре 105 °С до тех пор, пока на чаше не останется жидкости, но не более, чем на 30 мин.

14.8.2 Когда в чаше не останется жидкости, достают ее из печи и охлаждают в течение 1 мин. Взвешивают чашу. Если вычисление результатов показывает менее 1 ppm, останавливают испытания и записывают результаты.

14.8.3 Если ppm больше 1, образец возвращают в печь на 30 мин и продолжают определение в соответствии с 14.6.

15 Прецизионность и повторяемость*

15.1 Стандартное отклонение результатов единичных измерений, полученных в разные дни, составляет 1,8 ppm при уровне 10 ppm нелетучих веществ.

15.2 Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в разных лабораториях в разные дни, составляет 2,2 ppm при уровне 10 ppm нелетучих веществ.

15.3 Суммарная сходимость данного метода составляет 104,5 % от 1 ppm до 1000 ppm нелетучих веществ.

15.4 Нижний предел количественного определения составляет приблизительно 1 ppm.

Метод *E*

16 Проведение испытаний

16.1 Сушат алюминиевую чашу емкостью 200 $см^3$ в течение ночи (от 16 до 24 ч).

16.2 Помещают чашу в осушитель на 5 мин. Если чаша не использовалась в течение 24 ч, повторяют процедуры.

16.3 Взвешивают алюминиевую чашу с точностью до 0,0001 г, W_1, г.

16.4 Помещают алюминиевую чашу под нагревательную лампу в вытяжном шкафу. Нагревательная лампа должна быть расположена приблизительно в 5 дюймах (12,7 см) выше нижней части алюминиевой чаши. Медленно в чашу добавляют 100 $см^3$ растворителя, используя мерную пипетку.

16.5 Поворачивают нагревательную лампу и выпаривают до тех пор, пока не останется приблизительно 1 $см^3$ жидкого остатка.

16.6 Помещают чашу и содержимое в печь при температуре 105 °С от 10 до 15 мин.

16.7 Используя металлические щипцы, вынимают чашу из печи и помещают в осушитель на 5 мин. Взвешивают чашу с содержимым, W_2, г.

16.8 Содержание нелетучих веществ вычисляют по формуле

$$\text{ppm нелетучих веществ} = \frac{(W_2 - W_1)\cdot 1000000}{\text{плотность}\cdot 100}, \quad (5)$$

где плотность — плотность анализируемого растворителя.

17 Прецизионность и повторяемость

17.1 Стандартное отклонение результатов единичных измерений, полученных в разные дни, составляет 1,9 ppm при уровне 10 ppm нелетучих веществ.

17.2 Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в разных лабораториях в разные дни, составляет 3,6 ppm при уровне 10 ppm нелетучих веществ.

17.3 Суммарная сходимость данного метода составляет 123,0 % от 1 ppm до 100 ppm нелетучих веществ.

17.4 Нижний предел количественного определения составляет приблизительно 1 ppm.

---

* Протоколы исследований имеются в наличии в штаб-квартире АСТМ (ASTM Headquarters). Их можно получить, запросив протокол RR:D26-1017.

УДК 547.32:006.354 ОКС 71.080.20

Ключевые слова: галогенсодержащие органические растворители; нелетучие вещества; сухой остаток; остаток после выпаривания

Редактор *О.В. Рябиничева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 19.04.2019. Подписано в печать 27.05.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.

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.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru