ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57828— 2017

РАСТВОРИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ ГАЛОГЕНСОДЕРЖАЩИЕ И ИХ СМЕСИ

Газохроматографический метод анализа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

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. № 1493-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д6806—02 (2012) «Стандартный метод анализа галогенсодержащих органических растворителей и их смесей газовой хроматографией» (ASTM D6806—02 (2012) «Standard practice for analysis of halogenated organic solvents and their admixtures by gas chromatography», IDT).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 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, 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

Газохроматографический метод анализа

Halogenated organic solvents and their admixtures. Gas chromatography method of analysis

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на определение примесей, стабилизаторов и анализ галогенсодержащих органических растворителей и их смесей методом газовой хроматографии.

1.2 Регламентирование определенного метода газовой хроматографии не является целью настоящего стандарта. Настоящий стандарт предполагает определение того, что требуется пользователю, с использованием оборудования, обладающего указанными характеристиками или характеристиками не хуже указанных.

1.3 Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение вопросов безопасности, связанных с проведением испытаний, при проведении которых следует руководствоваться требованиями техники безопасности при работе с галогенсодержащими органическими растворителями и требованиями безопасности при работе на используемом оборудовании.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт:

ASTM E 180, Practice for determining the precision of ASTM methods for analysis and testing of industrial and specialty chemicals (withdrawn 2009) [Метод определения точности методов АСТМ для анализа и испытаний промышленных и специализированных химических веществ (отозвано в 2009 г.)].

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте термины «чистота» и «аналитическая чистота» взаимозаменяемы.

3.1.1 Термин «чистота» и «аналитическая чистота» применяют, если сумма известных содержаний примесей и стабилизаторов равна 100%. Примеси и стабилизаторы выражают в %.

3.1.2 Допускается сумма, равная 100 «минус» (сумма примесей и стабилизаторов/10000), если содержание примесей выражают в ppm.

3.2 **точность** определяют по п. А2.2.1 АСТМ Е180 или как соотношение между экспериментально полученным значением и принятым опорным значением.

3.3 **прецизионность** определяют по п. А2.2.1 АСТМ Е180 или как степень соответствия серии измерений одних и тех же свойств. Как правило, выражают как стандартное отклонение или относительное стандартное отклонение $(s/X) \cdot 100$, %.

4 Сущность метода

4.1 Настоящий метод устанавливает требования для газовой хроматографии (ГХ), применяемой для определения примесей, стабилизаторов и чистоты галогенсодержащих органических растворителей и их смесей.

Издание официальное

5 Требования к методу

5.1 Метод ГХ позволяет проводить достаточное разделение примесей и стабилизаторов, присутствующих в продукте таким образом, чтобы характеристики прибора (измерение площади, милливольт и т.д.) для отдельных примесей или стабилизаторов могли быть измерены с достаточной прецизионностью и точностью, как это определено в разделе 6. Источником информации относительно присутствующих примесей и стабилизаторов является информация от поставщика или производителя продукции. ГХ-масс-спектрометрия (ГХ-МС) является еще одним ресурсом для первоначального определения присутствующих компонентов, которые должны быть измерены. В таблице 1 приведен список возможных примесей и стабилизаторов для каждого продукта.

Таблица 1 — Примеси и стабилизаторы

Продукт	Возможные примеси и стабилизаторы
Метиленхлорид	Метилхлорид
	Винилхлорид
	Этилхлорид
	Винилиденхлорид
	Транс-1,2-дихлорэтилен
	Цис-1,2-дихлорэтилен
	Хлороформ
	Четыреххлористый углерод
	2-метил-2-бутен
	Циклогексан
	Циклогексен
	Пропиленоксид
	Хлористый аллил
Перхлорэтилен	Трихлорэтилен
	Четыреххлористый углерод
	1,1,2-Трихлорэтан
	1,1,2,2-Тетрахлорэтан
	1,1,1,2-Тетрахлорэтан
	Пентахлорэтан
	Гексахлорэтан
	N-метилморфолин
	Паратретичный амилфенол
	Циклогексеноксид
	Бутилгидрокситолуол
	N-метилпиррол
	Этоксипропионитрил

Окончание таблицы 1

Продукт	Возможные примеси и стабилизаторы
Трихлорэтилен	Цис- и транс-1,2-дихлорэтилен
	1,1,2-трихлорэтан
	Четыреххлористый углерод
	1,1,2,2-Тетрахлорэтан
	1,1,1,2-Тетрахлорэтан
	Этилендихлорид
	Пропилендихлорид
	Диизопропиловый амин
	Бутиленоксид
	Тимол
	N-метилпиррол
	Этилацетат
	Диизобутилен
	Этан
	Этилен
	Винилиден-хлорид
	1,1-дихлорэтан
	Хлороформ
	1,1,1-трихлорэтан
	Перхлорэтилен
	Пентахлорэтилен
	Гексахлорэтилен

5.2 Для анализа галогенсодержащих органических продуктов следует применять капиллярные колонки, обеспечивающие достаточную степень разделения определяемых компонентов. Рекомендуется использовать капиллярные колонки диаметром 0,32 мм и длиной не менее 30 м. В таблице 2 представлен список колонок, которые могут быть применимы для анализа галогенсодержащих органических продуктов.

Таблица 2 — Рекомендуемые для ГХ колонки

DB 624
DB5
DB 1701

5.3 Параметры прибора. Указанные в таблице 3 условия ГХ часто подходят для анализа галогенсодержащих органических продуктов и их смесей, хотя фактические условия прибора должны быть оптимизированы для выполнения анализа.

Таблица 3 — Параметры прибора

Детектор	Пламенно-ионизационный детектор или другой детектор с достаточной для определения требуемых компонентов чувствительностью
Температура испарителя	200 °С
Температура детектора	200 °С
Температура термостата колонок-изотерма	80 °С
Регулируемая температура термостата колонок	От 50 °С до 200 °С
Газ-носитель	Гелий или водород *для хроматографа с пламенно-ионизационным детектором:* азот
Объемный расход газа-носителя	От 1 до 3 $см^3$/мин
Объем пробы	От 0,5 до 1,0 мкм
Деление потока	50:1

5.4 Для адекватного проведения разделения подготавливают стандартные образцы с известным содержанием примесей и стабилизаторов в концентрациях, достаточно близких к ожидаемым концентрациям в образце с целью подготовки характеристик прибора для нужного интервала концентраций. Повторно проводят инъекции стандартных образцов (не менее трех) и определяют прецизионность и точность метода для отдельных примесей и стабилизаторов.

5.5 Полученные результаты компонентов не должны быть вне диапазона детектора и должны располагаться по распределению Гаусса (симметрично) для обеспечения адекватного измерения, как определено в Разделе 6. Диапазон полученных результатов может быть скорректирован путем изменения диапазона характеристик прибора или изменения размера выборки.

5.6 Чистоту несмешанных галогенсодержащих органических растворителей определяют путем определения количества отдельных примесей и стабилизаторов и вычитания суммы этих примесей и стабилизаторов от 100 %. Если не указано иное, чистоту определяют путем вычитания из 100 суммы примесей (определенных с помощью газовой хроматографии) и множества других стабилизаторов. Значения для воды, кислотности, нелетучих веществ и других компонентов не вычитают из 100% для определения чистоты материала, если спецификации не требуют включения этих пунктов в общее вычитаемое из 100.

5.7 Площадь, %, как правило, не пригодна для галогенсодержащих органических продуктов, так как чувствительность к пламенно-ионизационным детекторам сильно зависит от компонентов, в частности стабилизаторов, не содержащих хлор. Калибровку прибора проводят с использованием стандартного образца, содержащего компоненты, представляющие интерес в концентрациях, аналогичным ожидаемым в анализируемой пробе.

5.8 Прецизионность для анализа определяют путем проведения статистического анализа чистоты отдельных инъекций, который определяют, как 100 — сумма стабилизаторов и примесей. В качестве единиц измерения указывают проценты, если не указано иное.

6 Прецизионность и отклонение

6.1 Прецизионность и отклонение определяют при необходимости пользователя метода.

6.2 В качестве общего принципа, в таблице 4 приведена прецизионность метода газовой хроматографии. Значения были получены межлабораторными испытаниями в различных компаниях. Автоматические инжекторы были широко использованы во всех участвующих лабораториях при проведении межлабораторных испытаниях.

Таблица 4 — Ожидаемая прецизионность

Концентрация	Относительное стандартное отклонение, %
От 1 до 25 ppm	12

Окончание таблицы 4

Концентрация	Относительное стандартное отклонение, %
От 25 до 100 ppm	2
От 100 до 10000 ppm	1
От 1 % до 25 %	0,8
От 25 % до 75 %	0,5
От 75 % до 100 %	0,5
Различия	0,1

6.3 Среднее значение и стандартное отклонение (в среднем для 3 или 4 результатов) было определено 100,29 % ± 8,02 % с 99,7 %-ным снижением от 76 % до 124 %. 85 %-ное снижение было определено между 95 % и 105 %.

6.4 За нижний предел обнаружения принимается уровень сигнала при соотношении сигнал/шум, равный 3. За нижний предел количественного определения принимается уровень сигнала при соотношении сигнал/шум, равный 10.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов национальным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ASTM E180	NEQ	ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерения. Часть 1. Основные положения и определения»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - NEQ — неэквивалентный стандарт.		

УДК 547.22:006.354 ОКС 71.080.20

Ключевые слова: хлорированный растворитель, гидрометр, денсиметр, пикнометр

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

Сдано в набор 29.04.2019. Подписано в печать 05.06.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru