УДК 661.715.7 : 543.06 : 006.354 Группа Л39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ БЕНЗОЛЬНОГО РЯДА

Хроматографический метод определения содержания основного вещества и примесей в бензоле, толуоле и ксилоле

Benzene hydrocarbons and allied products. Chromatographic method of determination of main substance and impurities content in benzene, tolyene and «xylene».

ГОСТ 2706.2—74*

Взамен ГОСТ 15832—70

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 ноября 1974 г. № 2591 срок введения установлен

с 01.07 1975 г.

Проверен в 1980 г. Срок действия продлен до 01.07 1987 г.

01.07.94 (ИУС 5-87)

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на ароматические углеводороды бензольного ряда (бензол, толуол и ксилол) и устанавливает хроматографический метод определения основного вещества и примесей в этих продуктах.

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

Хроматограф газовый с детектором ионизации в пламени с порогом чувствительности (минимально определяемый поток пропана) не ниже $2{,}5 \cdot 10^{-7}$ мг/с.

Колонки газохроматографические длиной 4 и 5 м, внутренним диаметром 3—4 мм.

Микрошприц типа МШП.

Печь муфельная или тигельная, обеспечивающая нагрев до 400°С.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427—75.

Лупа измерительная общего назначения по ГОСТ 8309—75.

Чаша выпарительная фарфоровая по ГОСТ 9147—80.

Набор сит «Физприбор».

Колба коническая со шлифом по ГОСТ 10394—72, вместимостью 25 см^3.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1 и 10 см^3.

Баня водяная.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (июль 1982 г.) с Изменением № 1, утвержденным в августе 1980 г. (ИУС 10—80 г.).*

Носитель твердый: диатомитовый сферохром, размером частиц 0,3—0,5 мм, или динохром-Н, размером частиц 0,25—0,315 мм, прокаленные при 300°С в течение 3 ч.

Неподвижная фаза: полиэтиленгликоль М-1000 (ПЭГ 1000) или полиэтиленгликольадипинат (ПЭГА).

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

н-Нонан.

н-Декан.

н-Ундекан.

Газ-носитель: азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74 или аргон газообразный по ГОСТ 10157—79 или гелий.

Водород технический по ГОСТ 3022—80.

Воздух по ГОСТ 11882—73.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Насадку готовят следующим образом. Неподвижную фазу в фарфоровой чаше растворяют в ацетоне, подогретом на водяной бане примерно до 30°С, и в полученный раствор вносят твердый носитель. Ацетон берут в таком объеме, чтобы весь носитель был покрыт раствором.

Фарфоровую чашу выдерживают на водяной бане при 60—80°С и, непрерывно перемешивая содержимое, выпаривают ацетон до сухого состояния насадки. При этом на сферохром наносят ПЭГ-1000 в количестве 10% от массы носителя, а на динохром-Н — 15 и 30% ПЭГА.

2.2. Приготовленной насадкой заполняют колонку, помещают ее в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 10 ч со скоростью 4—5 $дм^3/ч$ при 120±5°С.

При заполнении колонки динохромом-Н с ПЭГА на 1 м длины колонки по ходу газа (одна секция) помещают насадку с 30% ПЭГА, а последующие 3 м — с 15% ПЭГА.

2.3. Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим производят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Содержание основного вещества и примесей определяют методом «внутреннего эталона».

В качестве «внутреннего эталона» для анализа бензола используют *н*-нонан, для анализа толуола — *н*-нонан или *н*-декан, для анализа ксилола — *н*-декан или *н*-ундекан.

Количество «внутреннего эталона» должно соответствовать хроматографическому пику высотой не менее $^1/_3$ полной шкалы потенциометра в масштабе регистрации основных примесей.

Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г. Пробу анализируемого продукта вводят в хроматограф при помощи микрошприца.

3.2. Анализ продукта проводят при условиях, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Параметры	Величины условия анализа	
	для бензола	для толуола и ксилола
Температура термостата, °С:		
для сферохрома с ПЭГ-1000	72±1	90±5
для динохрома-Н с ПЭГА	70±1	100±5
Температура испарителя, °С	120—150	150—180
Расход газа-носителя, дм³/ч	2—4	2—4
Объем пробы, см³	0,002—0,004	0,002—0,004
Длина газохроматографической колонки, м:		
для сферохрома с ПЭГ-1000	5	5
для динохрома-Н с ПЭГА	4	4
Внутренний диаметр колонки, мм	3—4	3—4
Скорость диаграммной ленты, мм/ч	240—720	240—720
Продолжительность анализа, мин	40	60

При использовании в серийных хроматографах газохроматографических колонок, отличающихся длиной от указанной в табл. 1, и динохрома-Н с частицами размером 0,3—0,5 мм допускается менять условия анализа, при этом величина критерия разделения К по ГОСТ 17567—81 для трудноразделяемых пар компонентов (метилциклопентан и *н*-гептан, *н*-гептан и циклогексан) должна быть не ниже 0,7.

При использовании динохрома-Н с частицами размером 0,3—0,5 мм температура термостата для анализа бензола должна быть 55°С, для анализа толуола и ксилола 80°С.

3.3. Относительные времена удерживания указаны в табл. 2, 3.

Таблица 2

Относительные времена удерживания основного вещества для различных «внутренних эталонов»

Наименование компонента	Относительное время удерживания	
	для сферохрома с ПЭГ-1000, 90°С	для динохрома-Н с ПЭГА, 100°С
н-Нонан (внутренний эталон)	1,00	1,00
Бензол	1,32	1,31
Толуол	2,22	2,11
н-Декан (внутренний эталон)	1,00	1,00
Толуол	1,57	1,40
Этилбензол	2,32	2,11
м-Ксилол	2,32	2,11
п-Ксилол	2,32	2,11
о-Ксилол	3,06	2,76
н-Ундекан (внутренний эталон)	1,00	1,00
Этилбензол	1,48	1,33
м-Ксилол	1,48	1,33
п-Ксилол	1,48	1,33
о-Ксилол	1,90	1,66

Примесями являются вещества, пики которых имеют относительные времена удерживания меньше или больше указанных в табл. 2 для основного вещества.

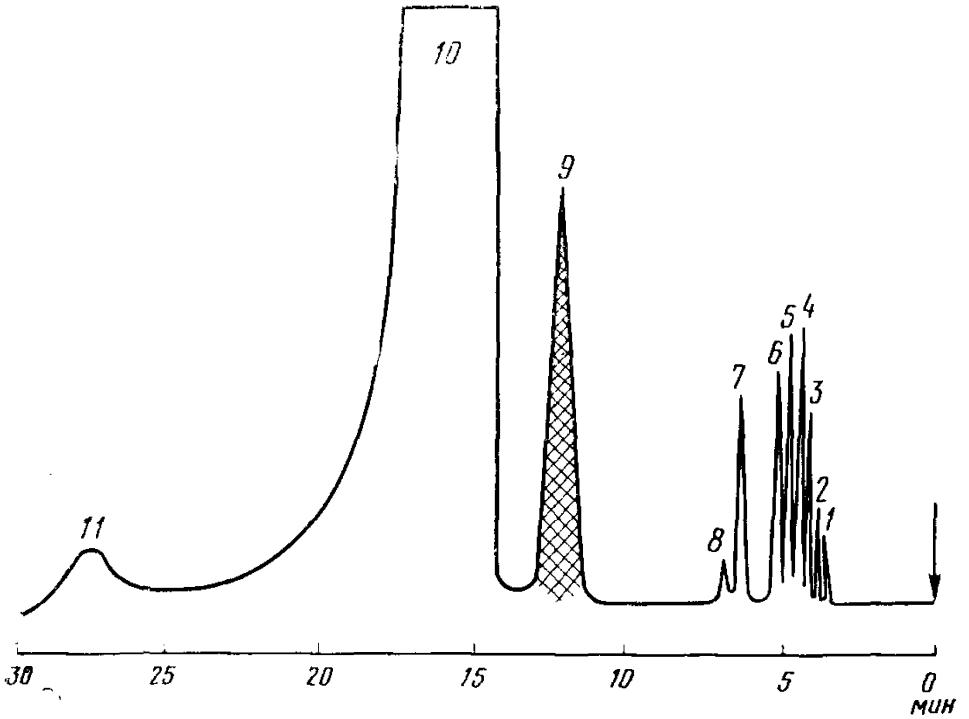
Таблица 3

Относительные времена удерживания примесей в бензоле

Наименование компонента	Относительное время удерживания	
	для сферохрома с ПЭГ-1000, 90°С	для динохрома-Н с ПЭГА, 100°С
1—2. Неидентифицированные компоненты	Менее 0,26	Менее 0,20
3. *н*-Гексан	0,26	0,20
4. Метилциклопентан	0,32	0,28
5. *н*-Гептан	0,34	0,31
6. Циклогексан	0,40	0,35
7. Метилциклогексан	0,51	0,47
8. *н*-Октан	0,56	0,53
9. *н*-Нонан	1,00	1,00
10. Бензол	1,31	1,17
11. Толуол	2,34	1,94

Типовые хроматограммы бензола, толуола и ксилола показаны на черт. 1—3.

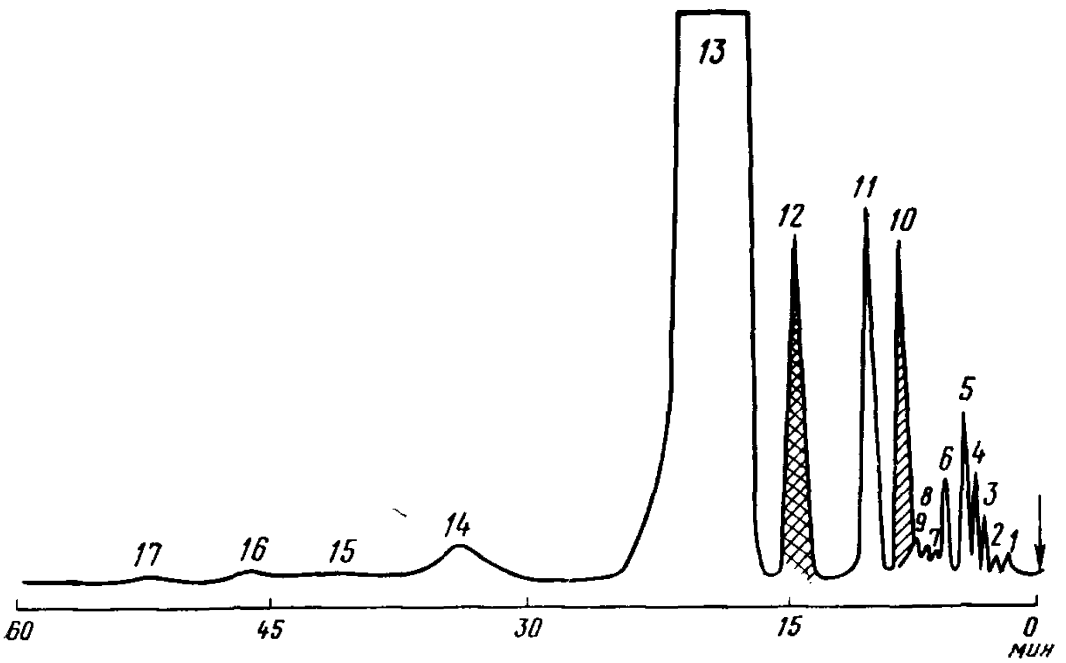
Типовая хроматограмма бензола



1—2—неидентифицированные компоненты; *3*—*н*-гексан; *4*—метилциклопентан; *5*—*н*—гептан; *6*—циклогексан; *7*—метилциклогексан; *8*—*н*-октан; *9*—*н*-нонан (внутренний эталон); *10*—бензол; *11*—толуол

Черт. 1

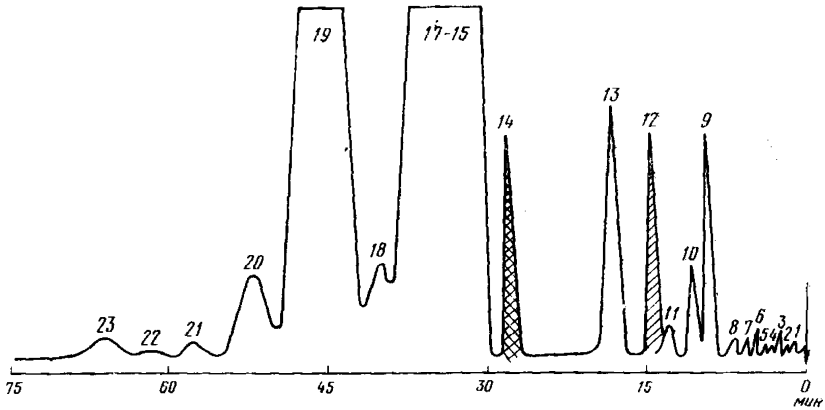
Типовая хроматограмма толуола



1—9, 11, 14—17 — примеси; *10* — *н*-нонан (внутренний эталон); *12*—*н*-декан (внутренний эталон); *13*—толуол

Черт. 2

Типовая хроматограмма ксилола



1—11, 13, 18, 20—23—примеси; *12*—*н*-декан (внутренний эталон); *14*—*н*-ундекан (внутренний эталон); *15—17* — этилбензол и *м*+*п*-ксилолы; *19*—*о*-ксилол

Черт. 3

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Для определения содержания примесей измеряют площади пиков примесей анализируемого продукта.

Площадь пика каждой примеси (S) в квадратных миллиметрах вычисляют по формуле

$$S = h \cdot b \cdot M,$$

где h — высота пика, мм;

b — ширина пика, измеренная на середине его высоты, мм;

M — масштаб записи сигнала пика.

В расчет принимают ширину линии, очерчивающую пик.

4.2. Массовую долю каждой примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S \cdot C_{эт} \cdot 100}{S_{эт}(100 - C_{эт})},$$

где S — площадь пика примеси, мм^2;

$S_{эт}$ — площадь пика внутреннего эталона, мм^2;

$C_{эт}$ — массовая доля «внутреннего» эталона в пробе анализируемого продукта, %.

4.3. Массовую долю основного вещества (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - \Sigma X_i,$$

где ΣX_i — сумма всех примесей, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать:

для примесей в бензоле 10% относительно среднего результата;

для примесей в толуоле и ксилоле 20% относительно среднего результата.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 2706.2—74 Углеводороды ароматические бензольного ряда. Хроматографический метод определения содержания основного вещества и примесей в бензоле, толуоле и ксилоле

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 06.02.87 № 197

Дата введения 01.07.87

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2409.

Вводную часть дополнить словами: «Метод позволяет определять массовую долю основного вещества в пределах от 90 до 100 % и массовую долю примесей в бензоле от 0,005 до 1 %, толуоле и ксилоле от 0,05 до 10 %».

Раздел 1. Первый абзац. Заменить слова: «детектором ионизации в пламени» на «пламенно-ионизационным детектором»;

третий абзац дополнить словами: «или другого типа»;

пятый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 427—75» на «с ценой деления 1 мм»;

шестой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 8309—75 на ГОСТ 25706—83;

седьмой абзац. Заменить слово: «Чаша» на «Чашка»;

девятый, десятый абзацы исключить;

двенадцатый абзац дополнить словами: «и другие с аналогичными характеристиками»;

четырнадцатый абзац дополнить словами: «или особо чистый»;

двадцатый абзац. Заменить ссылку: «по ГОСТ 11882—73» на «для питания контрольно-измерительных приборов»;

(Продолжение см. с. 126)

последний абзац исключить;

дополнить абзацем: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80 1-го или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными характеристиками».

Пункт 2.1. Заменить слово: «Чаша» на «Чашка».

Пункт 3.1. Заменить слова: «Содержание основного вещества и примесей» на «Основное вещество и примеси»;

третий абзац. Заменить слово: «Количество» на «Массовая доля»;

четвертый абзац. Заменить слова: «Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,0002 г» на «Результаты всех взвешиваний записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 3.2. Таблица 1. Заменить значения: 2—4 на 1,8—4,8 (2 раза); 0,002—0,004 на 0,0006—0,004 (2 раза);

второй абзац. Исключить слова: «и динохрома-Н с частицами размером 0,3—0,5 мм»; заменить слова: «величина критерия разделения К» на «степень разделения»;

третий абзац исключить.

Пункт 4.1. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Пункт 4.2. Формула и экспликация. Заменить обозначение: $C_{эт}$ на $A_{эт}$ (3 раза).

Пункт 4.4. Первый абзац после слова «арифметическое» дополнить словом: «результатов»; дополнить словами: «(при доверительной вероятности $P=0,95$)».

(ИУС № 5 1987 г.)

Изменение № 3* ГОСТ 2706.2—74 Углеводороды ароматические бензольного ряда. Хроматографический метод определения основного вещества и примесей в бензоле, толуоле и ксилоле

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.04.2008 № 96-ст

Дата введения — 2008—10—01

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции:

«Метод позволяет определять массовую долю основного вещества в бензоле в пределах от 99,00 до 99,90 % и массовую долю основного вещества в толуоле и ксилоле в пределах от 99,00 до 99,99 %».

Раздел 1. Второй абзац. Заменить слово: «и» на «или»;

третий абзац дополнить словами: «вместимостью 10 мм^3»;

тринадцатый, четырнадцатый, пятнадцатый абзацы дополнить словами: «х. ч. для хроматографии»;

последний абзац изложить в новой редакции:

«Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью взвешивания не более 0,0002 г».

Пункт 2.2. Первый абзац. Заменить слова: «со скоростью» на «с объемным расходом».

---

* Действует только на территории Российской Федерации.

(Продолжение см. с. 20)

Пункт 3.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции:

«Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака».

Пункт 3.2. Таблица 1. Графа «Параметры». Заменить наименование параметра: «Расход газа-носителя» на «Объемный расход газа-носителя»;

для параметра «Объем пробы» заменить единицу величины: $см^3$ на $мм^3$;

графа «Величины условия анализа». Заменить значение: 0,0006—0,004 на 0,6—4,0 (2 раза);

второй абзац изложить в новой редакции:

«Допускается изменять условия анализа при использовании серийных хроматографов с длиной колонок, отличающейся от приведенных в табл. 1, применении других неподвижных фаз и твердых носителей. При этом обязательно должна быть обеспечена степень разделения R (см. ГОСТ 17567—81) не меньше величины 0,7 для следующих трудноразделимых пар компонентов примесей: метилциклопентан — *н*-гептан и *н*-гептан — циклогексан».

Пункт 4.2. Формула и экспликация. Заменить обозначение: S на S_i.

Пункт 4.4 изложить в новой редакции; дополнить подпунктами — 4.4.1 — 4.4.6:

«4.4. Проверка приемлемости результатов по ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002

4.4.1. Для обоснования приемлемости результатов с 95 %-ной доверительной вероятностью применяют критерии повторяемости (предел повторяемости r) и воспроизводимости (предел воспроизводимости R). Значения критериев приведены в табл. 4.

(Продолжение см. с. 21)

Таблица 4

Массовая доля основного вещества, %	Массовая доля примесей, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %
БЕНЗОЛ, ТОЛУОЛ И КСИЛОЛ			
От 99,99 до 99,97 включ.	От 0,010 до 0,03 включ.	0,008	0,01
Менее 99,97 до 99,90 включ.	Более 0,03 до 0,10 включ.	0,02	0,03
Менее 99,90 до 99,70 включ.	Более 0,10 до 0,30 включ.	0,03	0,04
БЕНЗОЛ			
Менее 99,70 до 99,00 включ.	Более 0,30 до 1,0 включ.	$0{,}10X_{п(ср)}$*	$0{,}20X_{в(ср)}$**
ТОЛУОЛ И КСИЛОЛ			
От 99,70 до 90,00 включ.	Более 0,30 до 10,0 включ.	$0{,}20X_{п(ср)}$*	$0{,}40X_{в(ср)}$**

* Значения предела повторяемости в виде зависимости от среднеарифметического суммы примесей ($X_{п(ср)}$) двух единичных результатов измерений.

** Значения предела воспроизводимости в виде зависимости от среднеарифметического суммы примесей ($X_{в(ср)}$) двух результатов измерений.

Примечание. Остальные значения пределов повторяемости и воспроизводимости даны в виде абсолютных значений.

Пределы повторяемости и воспроизводимости, приведенные в табл. 4, представляют собой:

максимально допустимые абсолютные значения разности двух единичных результатов измерения массовой доли бензола, толуола и ксилола, полученных в условиях повторяемости;

максимально допустимые абсолютные значения разности двух результатов измерения массовой доли бензола, толуола и ксилола, полученных в условиях воспроизводимости.

(Продолжение см. с. 22)

4.4.2. Повторяемость

Расхождения между двумя последовательными единичными результатами измерений, полученными одним и тем же лаборантом на идентичном испытуемом материале с использованием одной и той же аппаратуры при постоянных условиях в течение короткого промежутка времени при нормальном и правильном выполнении метода испытания, не должны превышать значений r, указанных в табл. 4.

4.4.3. Воспроизводимость

Расхождения между двумя независимыми результатами измерений, полученными разными лаборантами, работающими в разных лабораториях в течение длительного времени, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода испытания, не должны превышать значений R, указанных в табл. 4.

4.4.4. Для установления достоверности анализа по критерию повторяемости получают два единичных результата измерений h_1 и h_2. Абсолютное расхождение полученных результатов единичных измерений сравнивают с пределом повторяемости r. Если абсолютное расхождение между двумя результатами единичных измерений не превышает предела r

$$|h_1 - h_2| \le r,$$

то оба результата признают приемлемыми, и в качестве окончательного результата принимают их среднеарифметическое значение.

При невыполнении этого условия получают еще один результат единичного измерения.

Результаты единичных измерений признают удовлетворительными, и окончательный результат выдают как среднеарифметическое из трех единичных результатов измерений, если выполняется условие:

$$h_{max} - h_{min} \le 1{,}2\ r,$$

где h_{max} — максимальный результат из трех единичных результатов измерений, %;

h_{min} — минимальный результат из трех единичных результатов измерений, %.

Если же не выполняется и это условие, то анализ прекращают до установления и устранения причин, вызвавших повышенное рассеяние результатов.

4.4.5. Для установления достоверности анализа по критерию воспроизводимости абсолютное расхождение двух результатов измерений H_1 и H_2, полученных в разных лабораториях, сравнивают с пределом воспроизводимости R. Если абсолютное расхождение между двумя результатами измерений не превышает предела R

(Продолжение см. с. 23)

$$|H_1 - H_2| \le R,$$

то оба результата признают приемлемыми, и в качестве окончательного результата принимают их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия используют методы проверки совместимости результатов измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 и (или) процедуру, приведенную в приложении 1.

4.4.6. Допускаемые расхождения между результатами единичных измерений, полученных в одной лаборатории (предел повторяемости) для бензола, толуола и ксилола, являются рекомендуемыми до 2011.01.01. После этой даты при отсутствии замечаний нормативы повторяемости переходят в обязательные.

Допускаемые расхождения между результатами измерений, полученных в разных лабораториях (предел воспроизводимости) для бензола, толуола и ксилола, являются рекомендуемыми до 2011.01.01. После этой даты при отсутствии замечаний нормативы воспроизводимости переходят в обязательные».

Стандарт дополнить приложением — 1:

«Приложение 1
Рекомендуемое
Процедура проверки совместимости результатов измерений

1. При наличии арбитражных проб используют следующую процедуру принятия решения: если абсолютное расхождение между двумя результатами измерений превышает предел воспроизводимости R, стороны обмениваются арбитражными пробами и каждая сторона выполняет измерение арбитражной пробы другой стороны.

Например, обозначим четыре полученных результата следующим образом:

А — результат измерения исходной пробы стороной а);

Б — результат измерения исходной пробы стороной б);

В — результат измерения арбитражной пробы стороной а);

Г — результат измерения арбитражной пробы стороной б).

Проводят обработку полученных результатов по следующей схеме:

$|А-Б| \le R$. В качестве окончательно приводимого результата принимают среднеарифметическое значение результатов А и Б;

$|А-Б| > R$; $|А-В| \le R$; $|Б-Г| > R$. В качестве окончательно приводимого результата принимают среднеарифметическое значение результатов А и В, то есть анализы, выполненные стороной а);

(Продолжение см. с. 24)

$|А-Б| > R$; $|Б-Г| \leq R$; $|А-В| > R$. В качестве окончательно приводимого результата принимают среднеарифметическое значение результатов Б и Г, то есть анализы, выполненные стороной б);

$|А-Б| > R$; $|А-В| > R$; $|Б-Г| > R$. Все измерения прекращают до выяснения причин неудовлетворительной воспроизводимости результатов;

$|А-Б| > R$; $|А-В| < R$; $|Б-Г| < R$. Все измерения прекращают до выяснения причин неудовлетворительной воспроизводимости результатов.

2. При отсутствии арбитражных проб используют следующую процедуру принятия решения. Третья независимая сторона отбирает произвольную пробу анализируемого продукта, делит ее на четыре части и выдает каждой из лабораторий по две пробы, обозначая согласно п. 1 одну из них как исходную, другую — как арбитражную. После получения каждой лабораторией результатов измерений, предусмотренных п. 1, третья независимая сторона проводит обработку полученных результатов по следующей схеме:

$|А-Б| \leq R$. В качестве окончательно приводимого результата принимают среднеарифметическое значение результатов А и Б подлинного продукта;

$|А-Б| > R$; $|А-В| \leq R$; $|Б-Г| > R$. В качестве окончательно приводимого результата принимают результат, полученный стороной а);

$|А-Б| > R$; $|Б-Г| \leq R$; $|А-В| > R$. В качестве окончательно приводимого результата принимают результат, полученный стороной б);

$|А-Б| > R$; $|А-В| > R$; $|Б-Г| > R$. Все измерения прекращают до выяснения причин неудовлетворительной воспроизводимости результатов;

$|А-Б| > R$; $|А-В| \leq R$; $|Б-Г| \leq R$. Все измерения прекращают до выяснения причин неудовлетворительной воспроизводимости результатов».

(ИУС № 7 2008 г.)