
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

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 ASTM D 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 ASTM для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов ASTM 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 калибровкиMonocyclic 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 ксиолов и *п*-ксиол и устанавливает метод определения микропримесей (следов) неароматических углеводородов методом газовой хроматографии с использованием внешней калибровки. Это позволяет определить чистоту толуола, смешанных ксиолов или *п*-ксиола. Для калибровки газохроматографической системы используют метод внешнего стандарта.

В аналогичном методе по стандарту ASTM D 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 ксиолов или *п*-ксиола 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 C₁₀), концентрацией от 0,001 % масс. до 1,000 % масс.

1.4 Правила округления результатов испытаний при определении соответствия спецификациям установлены в ASTM E 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 ASTM¹⁾

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

¹⁾ Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM www.astm.org или в службе поддержки клиентов ASTM: service@astm.org. В информационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

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 ксиол 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, ксиола (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 1910.1200¹⁾).

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте использованы термины и определения по ASTM D 4790.

3.2 Смесь ксиолов представляет собой смесь ароматических углеводородов C₈, включающих м-ксилол, очисил и п-ксилол. Промышленная конвенция включает этилбензол в «суммарные ксиолы», несмотря на то, что этилбензол по химической структуре не является ксиолом. 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 *n*-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 *n*-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 *m*-ксилола в *n*-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 полизтиленгликоль
- 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:	
- линейная скорость, см/с, при 145 °С	Гелий или водород
- соотношение деления	20 — для гелия или 45 — для водорода
Объем образца, мкл	100 : 1
Детектор:	
- температура, °С	1,0
- время испытания, мин	Пламенно-ионизационный 300 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 см³.

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 общества¹⁾.

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 *Л*-Ксиол особой чистоты не менее 99,999 % масс.

8.4.1 В продаже имеется *Л*-ксиол чистотой менее 99,9%, который можно очистить перекристаллизацией. Для приготовления 1,9 дм³ *Л*-ксиола высокой чистоты помещают в морозильник для хранения легковоспламеняющихся жидкостей примерно 3,8 дм³ *Л*-ксиола и выдерживают при температуре минус (10 ± 5) °C до тех пор, пока примерно от 1/2 до 3/4 объема *Л*-ксиола не кристаллизуется. Для этого требуется примерно 5 ч. Затем декантируют жидкую часть. Кристаллы являются очищенным *Л*-ксиолом. Позволяют *Л*-ксиолу расплываться и повторяют процедуру кристаллизации оставшейся части образца *Л*-ксиола до соответствия его чистоты требованиям газовой хроматографии.

8.5 Для калибровки используют чистые соединения: *n*-нонан, бензол, толуол, этилбензол, *o*-ксиол, *m*-ксиол и кумол. При необходимости калибровочная смесь может включать *Л*-диэтилбензол (PDEB). Чистота всех реагентов должна быть не менее 99 % масс. При чистоте реагента 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 Specifications, American Chemical Society, Washington, D.C. (Химические реагенты. Спецификация Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реагентов, не входящих в списки Американского химического общества, см.: Analytical Standards 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 *n*-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 смещиванием должны иметь одну температуру. В таблице 2 приведен пример калибровочной смеси. В приведенной смеси *n*-нонан представляет примеси неароматических углеводородов, кумол — ароматических углеводородов, содержащих не менее девяти атомов углерода, за исключением *n*-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.
<i>n</i> -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
<i>o</i> -Ксилол	0,880	100	0,100	0,102	0,100	0,102
Кумол	0,862	20	0,020	0,020	0,020	0,020
<i>n</i> -Нонан	0,718	20	0,020	0,017	0,020	0,017
<i>m</i> -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 °C.

Примечание — Значения плотности приведены по справочнику ASTM DS 4A «Физические константы углеводородов C₁—C₁₀», 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 °C.

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

$$C_i = 100 D_i V_i / V_1 D_p, \quad (1)$$

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

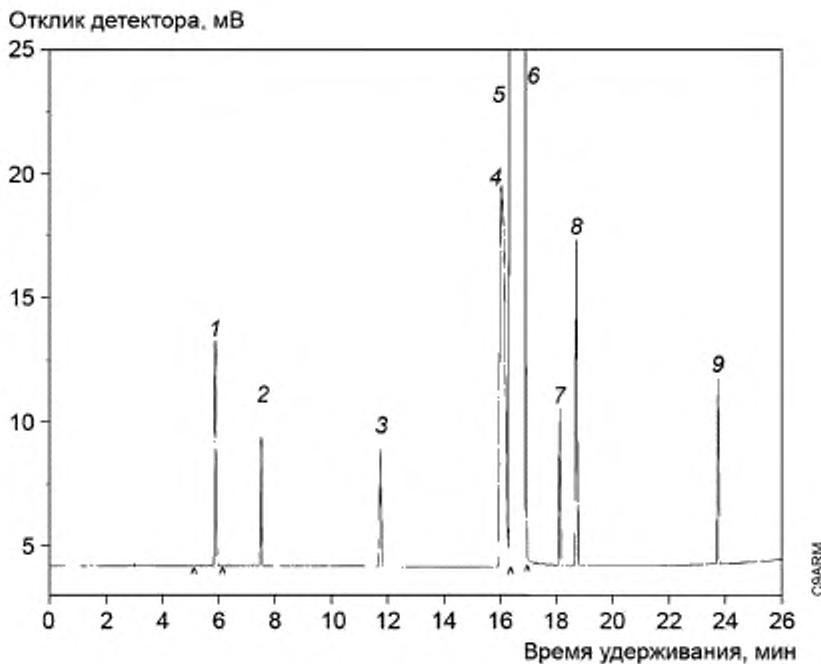
V_i — объем *i*-й примеси, мл;

V₁ — общий объем стандартной смеси, мл;

D_p — плотность *n*-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 — *n*-ксилол; 6 — *m*-ксилол;
7 — изопропилбензол (кумол); 8 — *o*-ксилол; 9 — *n*-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 , для каждого RF по формуле

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

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 °C. Убеждаются, что температура образца соответствует температуре калибровочного стандарта по разделу 12.

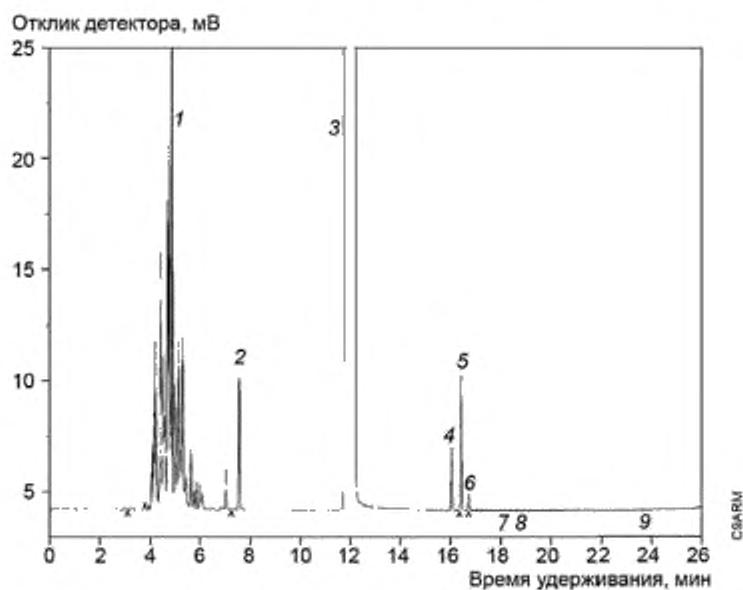
13.2 Вводят количество образца, соответствующее условиям эксплуатации используемого хроматографа. Количество вводимого образца должно быть идентично используемому в 12.3 и удовлетворять критерию по 12.7.

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, *n*-ксилола, *m*-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 *n*-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.

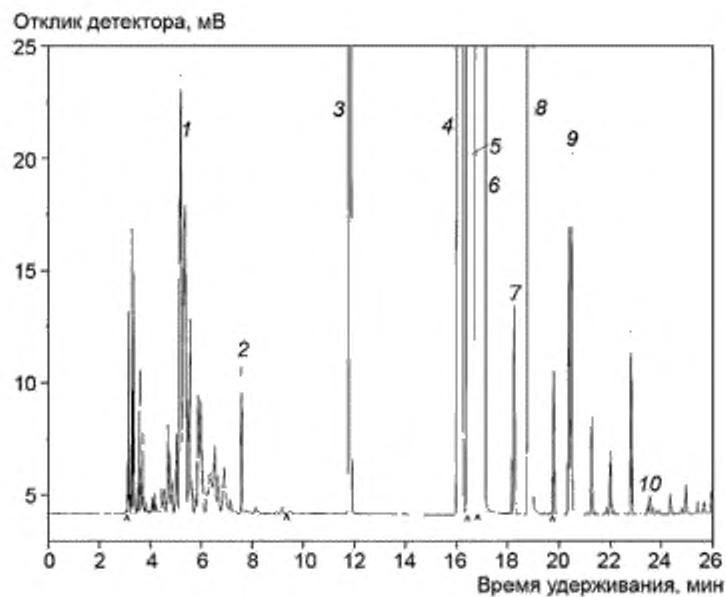
14.2 Плохо разрешающийся пик, например пик *m*-ксилола, часто перекрывается с соседним пиком. Делают последовательные измерения хроматограммы образца и хроматограммы калибровочной смеси для перекрывающихся пиков или пиков с плохим разрешением.

14.3 На рисунке 2 приведена хроматограмма толуола по ASTM D 841, на рисунке 3 — смеси ксиолов по ASTM D 5211, на рисунке 4 — *n*-ксилола по ASTM D 5136.



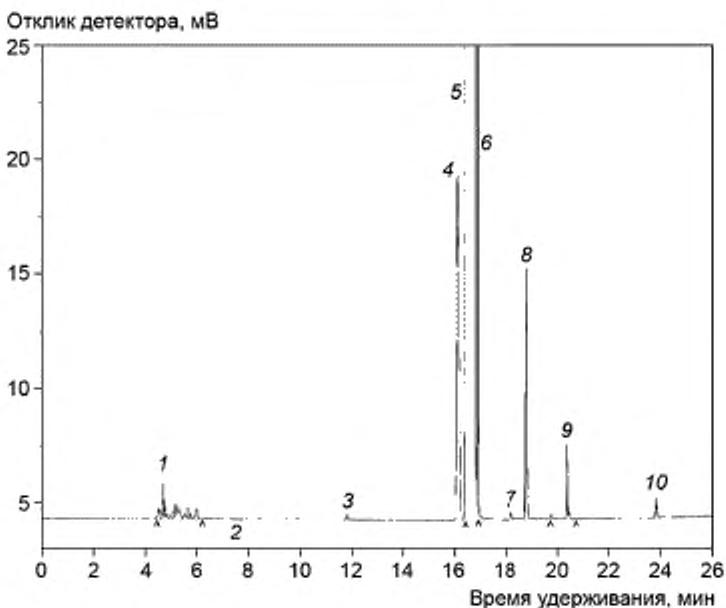
1 — неароматические углеводороды; 2 — бензол; 3 — толуол; 4 — этилбензол; 5 — *n*-ксилол;
6 — *m*-ксилол; 7 — изопропилбензол (кумол); 8 — о-ксилол; 9 — *n*-диэтилбензол

Рисунок 2 — Типичная хроматограмма толуола по ASTM D 841



1 — неароматические углеводороды; 2 — бензол; 3 — толуол; 4 — этилбензол; 5 — α -ксиол; 6 — m -ксиол;
7 — изопропилбензол (кумол); 8 — σ -ксиол; 9 — ароматические углеводороды C_{9+} ; 10 — n -диэтилбензол

Рисунок 3 — Типичная хроматограмма смеси ксиоловов по ASTM D 5211



1 — неароматические углеводороды; 2 — бензол; 3 — толуол; 4 — этилбензол; 5 — n -ксиол; 6 — m -ксиол;
7 — изопропилбензол (кумол); 8 — σ -ксиол; 9 — ароматические углеводороды C_{9+} ; 10 — n -диэтилбензол

Рисунок 4 — Типичная хроматограмма n -ксиола по ASTM D 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 *n*-нонана, коэффициент чувствительности *o*-ксилола — для *o*-ксилола, коэффициент чувствительности *m*-ксилола — для *m*-ксилола, коэффициент чувствительности кумола — для всех ароматических углеводородов, содержащих девять или более атомов углерода, за исключением *n*-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 (*n*-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

$$\text{чистота} = 100,00 - C_1, \quad (5)$$

где C_1 — 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. Вычтают 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 смещение¹⁾

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. Прецизионность для *n*-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 E691. Поскольку данные для *n*-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)	0,0040	0,0083
Этилбензол (0,017)	0,0014	0,0030
<i>n</i> -Ксиол (0,009)	0,0025	0,0027
<i>m</i> -Ксиол (0,013)	0,0013	0,0025
<i>o</i> -Ксиол (0,001)	0,0003	0,0005
Толуол (99,94)	0,0160	0,0210
Смесь ксиолов		
Неароматические углеводороды (2,286)	0,1039	0,3688
Толуол (0,675)	0,0244	0,1580
Кумол (0,010)	0,0006	0,0020
Ксиолы (96,93)	0,1280	0,3690
<i>n</i>-Ксиол		
Неароматические углеводороды (0,014)	0,0052	—
Толуол (0,006)	0,0014	—
Этилбензол (0,076)	0,0024	—
<i>n</i> -Ксиол (99,694)	0,0100	—
<i>m</i> -Ксиол (0,142)	0,0038	—
<i>o</i> -Ксиол (0,055)	0,0016	—
<i>n</i> -Дизтилбензол (0,004)	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 ASTM 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 ASTM.

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. Караданоеской

Сдано в набор 26.09.2019. Подписано в печать 25.10.2019. Формат 60 × 84¹/₈. 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.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

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